



**Escola Politècnica Superior
d'Enginyeria de Manresa**

UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE CATALUNYA

TREBALL FINAL DE GRAU

ESTUDI I POSTA A PUNT D'UNA PLANTA PILOT D'UN REACTOR CONTINU TUBULAR

**Grau en Enginyeria Química
Curs 15/16**

Autor: ADRIÁN PABÁN SIERRA

Directors: DOLORS GRAU VILALTA / TONI DORADO CASTAÑO

Data: 08/07/2016

Localitat: MANRESA

RESUM DEL PROJECTE

L'objectiu d'aquest treball de final de grau consisteix en la posta a punt i l'estudi d'una planta pilot d'un reactor tubular per a utilitzar com a pràctica docent dins de l'assignatura d'Experimentació en Enginyeria Química.

La posta a punt de l'equip ha consistit en realitzar un manual on hi ha totes les pautes per muntar l'equip, posar-lo a punt i fer-ne un ús adequat pas a pas.

Un cop acabada la posta a punt de l'equip, comencem a realitzar l'estudi de la planta pilot a través de diverses experimentacions amb diferents reactius per trobar les condicions més adients per experimentar i obtenir resultats clars en un temps prudencial.

Per una banda, s'ha estudiat com evoluciona la concentració i la conversió en el reactor tubular mitjançant una reacció d'acetat d'etil amb hidròxid de sodi, i com influeix un paràmetre com la temperatura en aquesta evolució. S'ha comprovat com varia la conversió a mesura que augmentem la temperatura.

L'estudi de la distribució dels temps de residència ha consistit en determinar el tipus de flux no ideal que presenta el reactor tubular a través de la comparació del nostre experiment amb les corbes dels models ideals teòrics.

D'altra banda també s'ha realitzat un estudi mitjançant el model de tancs en sèrie, que consisteix en considerar una hipotètica sèrie de tancs agitats iguals i ideals col·locats en sèrie, com si actuessin dintre del reactor tubular, de manera que el paràmetre a calcular és el número de tancs.

Per últim, als annexos s'adjunten una sèrie de guions de pràctiques per tal de que la planta pilot pugi ser utilitzada pels alumnes d'Enginyeria Química.

ABSTRACT

The following Bachelor's thesis focuses on the fine tuning and the study of the pilot plant of a tubular reactor in order be used as a practical worksheet for Experimentation Course of Chemical Engineering bachelor at the Universitat Politècnica de Barcelona.

This fine tuning guide is based on a roadmap formed by three main steps: The equipment assembly, the pure tuning line process and the instructions, step by step, of the correct use of the equipment. Next, once the fine tuning is completed, the research continues with various practical experimentations by means of different reactors. The main objective is finding out the optimal conditions that enable us to efficiently get the best and most clear results from the experiments. These practical experiments with two distinct procedures:

First, this research analyzed how did concentration and conversion evolved inside the tubular reactor when applying a reaction formed by ethyl acetate and sodium hydroxide, and what is more, how does the temperature affect this evolution. One of the main findings is that the conversion rates increase as temperature is higher. On the other hand, the residence time distribution (RTD) has also been dissect in this dissertation. By means of this latter study, we achieve to determinate the non-ideal flow type that the tubular reactor presents in comparison to our experiment and the ideal theoretical models of distribution. Moreover, this study incorporates a serial tank model. It consists on calculating the number of tanks, all starting by the hypothesis of collocating all agitate and equal tanks in series, as if these were actuating inside the tubular reactor.

The last part of this dissertation includes know-how guides of the practical experimentations for contributing to the correct using of the pilot plant to future Chemical Engineering students.

ÍNDEX

1. INTRODUCCIÓ I OBJECTIUS	6
2. CLASSIFICACIÓ DELS REACTORS QUÍMICS	9
2.1. Tipus de reactors	9
2.1.1. Depenent del tipus d'operació	9
2.1.2. Depenent de la geometria	11
2.2. Balanços de matèria i energia	13
2.3. Conducció elèctrica per dissolucions	16
2.4. Equació cinètica i velocitat de reacció	18
3. DISTRIBUCIÓ DEL TEMPS DE RESIDÈNCIA	21
3.1. Experiment de tipus impuls	22
3.2. Experiment de tipus esgraó	24
3.3. Interpretació física de les funcions de distribució: Determinació de flux defectuós	25
3.4. Model de tancs en sèrie	27
4. REACTOR CONTINU TUBULAR	30
4.1. Planta pilot experimental	30
4.2. Posta a punt de la planta pilot	38
4.2.1. Paràmetres i especificacions del reactor	38
4.2.2. Esquema de connexions de la planta pilot	42
4.2.3. Calibratge del conductímetre	46
4.2.4. Posada en funcionament del reactor tubular	47
4.2.5. Buidatge complet de l'equip	50
4.2.6. Recuperació d'arxius	51
4.3. Experiments inicials	53
4.3.1. Escalfament de la camisa del reactor	53
4.3.2. Escalfament del preescalfador de l'alimentació	55
5. EXPERIMENTACIÓ EN LA PLANTA PILOT	56
5.1. Pràctica 1: Calibratge dels rotàmetres	56
5.2. Pràctica 2: Determinació de les conductivitats iòniques	62
5.3. Pràctica 3: Determinació experimental de la conversió del reactor tubular	67
5.4. Pràctica 4: Dependència de la constant de velocitat amb la temperatura	73
5.5. Experimentacions prèvies per trobar unes condicions òptimes en l'estudi de Distribució del Temps de Residència (DTR)	81

5.6. Pràctica 5: Determinació experimental de la distribució del temps de residència: Experiment d'impuls.....	86
6. CONCLUSIONS	96
7. REFERÈNCIES.....	98
8. ANNEXOS.....	99
ANNEX 1: GUIONS DE PRÀCTIQUES	100
ANNEX 2: FITXES DE SEGURETAT	134

1. INTRODUCCIÓ I OBJECTIUS

Un reactor químic és un equip on té lloc una reacció química a escala industrial o a escala de planta pilot. Existeixen diversos tipus de reactors químics segons els processos industrials que s'hagin de dur a terme.

Les principals funcions d'un reactor químic són assegurar el contacte entre els reactants a l'interior del tanc per aconseguir la mescla desitjada, proporcionar les condicions de pressió, temperatura i composició adequades per tal de que la reacció es desenvolupi correctament i proporcionar el temps suficient de contacte entre els reactants.

Segons la seva geometria, els reactors químics poden ser de tanc agitat o tubulars. I segons el seu mode d'operació poden ser discontinus, semi-continus i continus. En aquest treball de fi de grau es realitzarà un estudi i una posta a punt d'una planta pilot d'un reactor continu tubular que es troba al laboratori de química de l'EPSEM.

El reactor tubular consisteix en un tub al llarg del qual flueix la mescla a unes determinades condicions de temperatura i concentració. El tipus de flux és el flux pistó, el qual treballa en estat estacionari, és a dir, les propietats no varien al llarg del temps.

Els reactors tubulars s'utilitzen en una gran varietat d'indústries com la petroquímica, farmacèutica, tractament de deixalles, energia alternativa, especialitats químiques, etc.

El principal objectiu d'aquest treball de fi de grau ha estat fer una posta a punt de la planta pilot del reactor tubular dissenyada per la casa EDIBON, que pot ser utilitzada com a pràctica docent en les estudis del Grau d'Enginyeria Química. Per realitzar la posta a punt prèviament es va realitzar un muntatge de l'equip pas a pas, amb les diverses connexions dels tubs, de les bombes i dels sensors. Els primers experiments que es van dur a terme van ser amb aigua destil·lada, ja que l'única finalitat era la d'aprendre com funciona l'equip. Tots els experiments realitzats servien per descobrir una funció nova de l'equip o per detectar errors de connexions, ja que el manual que ens proporcionen des de la casa EDIBON, no es gaire explícit en les explicacions de funcionament i de muntatge. Per aquest motiu ha sigut necessari i útil crear un manual de muntatge i funcionament de la planta pilot.

Entre els experiments que formen part de la posta a punt de l'equip, s'ha avaluat el funcionament dels tres sensors de temperatura que hi ha en diferents zones del reactor, augmentant la temperatura de l'aigua destil·lada del bany termostàtic i augmentant la temperatura del preescalfador. També s'ha realitzat un calibratge dels dos rotàmetres de transport de líquids que formen part de

l'equip, per tal de saber amb quin cabal es treballa per a cada escala percentual seleccionada en els rotàmetres.

L'altre objectiu del d'aquest treball, ha estat l'estudi del reactor tubular a partir de diferents experimentacions com determinar la conversió del reactor tubular a diferents temperatures o determinar el tipus d'alteració que presenta el reactor mitjançant la distribució dels temps de residència.

Per determinar la conversió del reactor tubular a diferents temperatures s'han realitzat experimentacions a través de la reacció d'acetat d'etil i d'hidròxid de sodi. S'avalua l'efecte de la temperatura sobre la conversió de la reacció que es du a terme i es calcula l'energia d'activació.

En la segona part del projecte, s'ha fet un estudi sobre la distribució dels temps de residència (DTR) del reactor tubular. El temps de residència, com a paràmetre clau de disseny, és el temps que triga un element de fluid en recórrer el sistema des de l'entrada fins a la sortida del reactor.

La distribució dels temps de residència és una distribució de probabilitat que descriu la quantitat de temps que un element d'un fluid pot passar dins del reactor. És útil per observar el comportament del reactor tubular i identificar les possibles alteracions que presenta (Cunill, Iborra & Tejero, 2010).

S'han realitzat diversos experiments a la planta pilot per tal d'obtenir la distribució dels temps de residència utilitzant com a traçador el clorur de potassi. Hem utilitzat el clorur de potassi ja que les seves propietats físiques i químiques s'adapten molt bé als paràmetres que ha de tenir un traçador per realitzar aquest tipus d'experiment.

L'estudi de la distribució dels temps de residència ha consistit en determinar el tipus de flux no ideal que presenta el reactor tubular a través de la comparació del nostre experiment amb les corbes dels models ideals teòrics. D'aquesta manera es pot determinar quin tipus d'anomalia o d'alteració presenta el reactor tubular.

D'altra banda també s'ha realitzat un estudi mitjançant el model de tancs en sèrie, que consisteix en considerar una hipotètica sèrie de tancs agitats iguals i ideals col·locats en sèrie, com si actuessin dintre del reactor tubular, de manera que el paràmetre a calcular és el número de tancs. Aquesta consideració permet simplificar els càlculs en el disseny del reactor tubular sense allunyar-se del comportament real del reactor.

Per tal de que aquest equip es pugui utilitzar com a planta pilot docent, en aquest treball es detallen un seguit de guions de pràctiques que expliquen pas a pas el procediment per dur a terme diferents experimentacions. Aquesta és una de les utilitats d'aquest treball de fi de grau, ja que així, els alumnes d'Enginyeria Química podran fer ús de la planta pilot del reactor tubular a mode

Estudi i posta a punt d'una planta pilot d'un reactor continu tubular.

Pabán Sierra, Adrián.

de pràctiques al laboratori i estudiar aquesta unitat bàsica de la indústria química.

2. CLASSIFICACIÓ DELS REACTORS QUÍMICS

Un reactor químic és un equip en el qual té lloc una reacció química, i que ha estat dissenyat per maximitzar la conversió i la selectivitat de la reacció amb el menor cost possible. El disseny d'un reactor químic requereix coneixements de termodinàmica, cinètica química, transferència de massa i energia, així com de mecànica de fluids; balanços de matèria i energia són necessaris. En general es busca conèixer la mida i el tipus de reactor, així com el mètode d'operació. Amb els paràmetres de disseny de reactors s'espera poder predir amb molta certesa la conducta d'un reactor enfront diverses condicions, com per exemple un salt en esgraó en la composició d'entrada (Schmidt, 1998).

Els reactors químics utilitzats en els processos industrials són d'una gran varietat de dissenys. Freqüentment per a la mateixa reacció química, es poden utilitzar reactors de disseny molt divers.

2.1. Tipus de reactors

En general, els reactors químics es poden classificar de dues maneres, depenent del tipus d'operació o depenent del tipus de geometria.

2.1.1. Depenent del tipus d'operació

- *Discontinus.*

En aquest tipus de reactors s'introdueixen tots els reactius a l'inici i es processen mitjançant un camí de reacció predeterminat durant el qual no existeix intercanvi de matèria amb l'exterior. S'utilitza fonamentalment per a la producció a petita escala (Levenspiel, 2004).

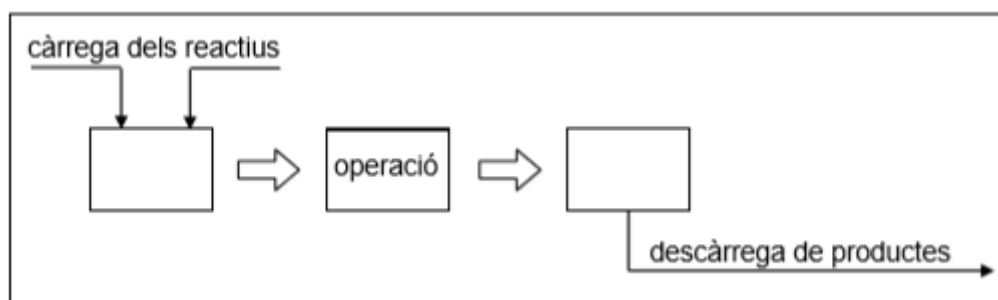


Figura 2.1. Esquema del reactor discontinu (Font: Pròpia)

- **Continus.**

Els reactius s'introdueixen i els productes surten simultàniament de manera constant en aquest tipus de reactor. Les variables del sistema (amb les quals el reactor aconsegueix l'estat estacionari) són independents del temps. Si el reactor és de forma tubular, la variable independent és la longitud del mateix al llarg de la qual poden existir variacions de temperatura, pressió i composició. Tenen moltes aplicacions per a plantes a gran escala amb el propòsit de reduir el cost d'operació i facilitar el control de qualitat del producte (Levenspiel, 2004).

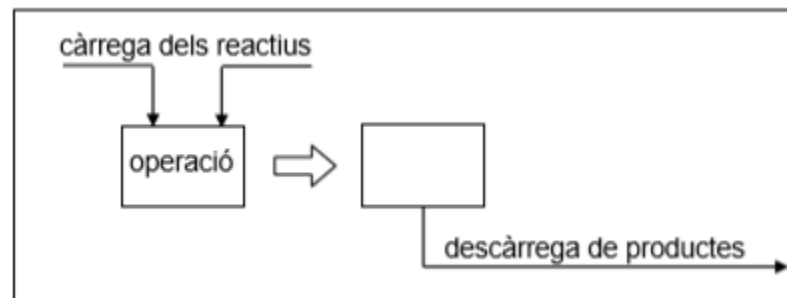


Figura 2.2. Esquema del reactor continu (Font: Pròpia)

- **Semi-Continus.**

En el reactor semi-continu, algun dels reactius o productes s'alimenta o s'extreu contínuament mentre que la resta roman al reactor. Així, per exemple, quan la reacció entre dos líquids és molt exotèrmica, es prefereix carregar amb un d'ells el reactor i, a continuació, addicionar lentament el segon reactiu (Levenspiel, 2004).

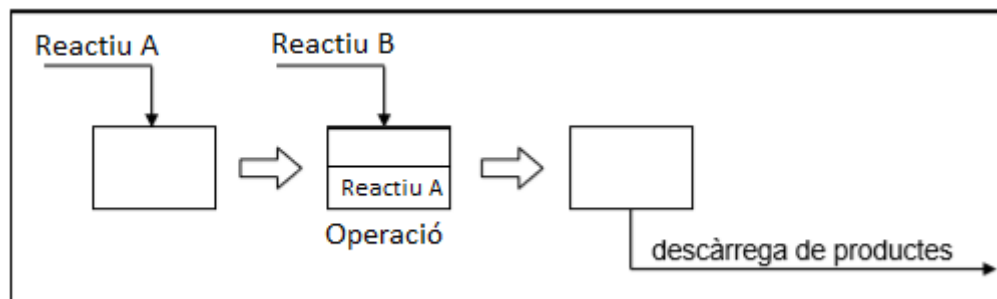


Figura 2.3. Esquema del reactor Semi-continu (Font: Pròpia)

2.1.2. Depenent de la geometria

- **Reactor de tanc agitat.**

Aquest és probablement el tipus de reactor més comú utilitzat en la indústria química. En molts casos està equipat amb agitació d'algun tipus, a més de transferència de calor. Aquest tipus de reactor pot donar-se tant en operació discontinua com en continua i en un gran interval de temperatura i pressió. Amb excepció de líquids molt viscosos, es pot fer una aproximació a mescla perfecta en reactors de tanc agitat. En operació continua, es poden posar diversos reactors agitats connectats en sèrie. També es pren com operació en continu un reactor dividit en compartiments, cadascun dels quals és equivalent a un reactor de tanc agitat (Fogler, 2001).

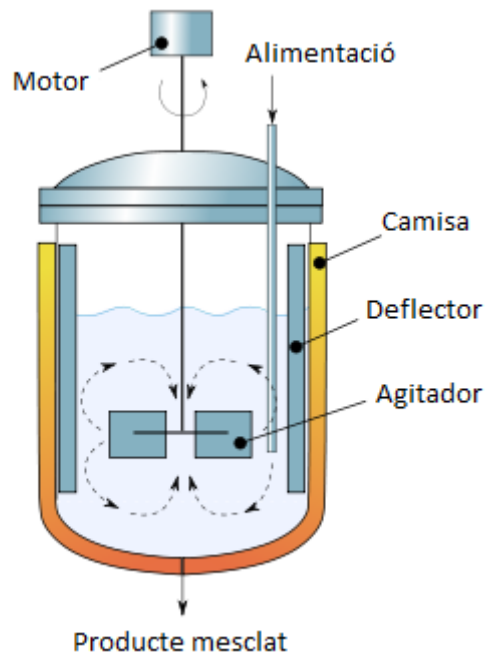


Figura 2.4. Esquema d'un reactor de tanc agitat (Font: Wikipedia)

- **Reactor tubular**

Aquest tipus de reactor està constituït per diversos tubs en paral·lel o un únic tub. Els reactius entren per un dels extrems i els productes surten per l'altre. El fluid passa a través del reactor sense que es mescli el fluid entrant anterior amb el posterior i sense avançaments. El fluid es mou en una fila única a través del reactor amb una contínua variació de la composició de la mescla de reacció en l'interior. La transferència de calor es pot fer mitjançant una camisa (Fogler, 2001).



Figura 2.5. Reactor tubular industrial (Font: Gonzalez, 2014)

2.2. Balanços de matèria i energia

REACTOR TUBULAR

Suposem un Model ideal: model de flux pistó.

Els materials avancen en el sistema en direcció longitudinal al reactor de manera que es suposa que no existeixen gradients radials de composició ni temperatura com a conseqüència de la convecció, la difusió, la viscositat i la resistència tèrmica d'un fluid. El conjunt d'elements de fluid avancen en el reactor com si es tractés d'un èmbol o pistó.

El reactor tubular de flux pistó es caracteritza perquè el flux de fluid que passa a través seu és ordenat, sense que cap element del mateix sobrepassi o es barregi amb qualsevol altre element situat abans o després d'ell, no hi ha barreja en la direcció del flux (direcció axial). Aquest és el model ideal.

Com a conseqüència, tots els elements de fluid tenen el mateix temps de residència dins del reactor (Fogler, 2001).

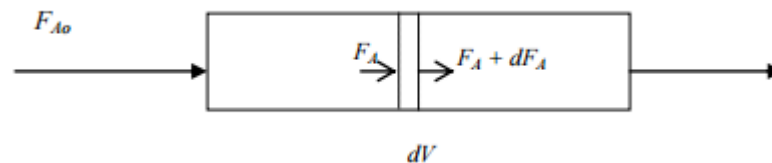


Figura 2.6. Dibuix d'un flux pistó (Font: Física con ordenador, 2004)

$$E = S + R + \cancel{A} \quad (\text{Eq. 1})$$

On:

- E: Entrada
- S: Sortida
- R: Reacció
- A: acumulació

Considerem el reactor en estat estacionari, per tant no existeix el terme d'acumulació en el balanç de matèria:

$$E = S + R \quad (\text{Eq. 2})$$

Com la composició del fluid varia al llarg del reactor, el balanç de matèria ha de realitzar-se en un element diferencial de volum perpendicular a la direcció del flux.

$$F_A = (F_A + dF_A) + r_A dV \rightarrow -dF_A = r_A \cdot dV \rightarrow F_{A0} \cdot dX_A = r_A \cdot dV$$

$$dF_A = d[F_{A0} \cdot (1 - X_A)] = -F_{A0} \cdot dX_A \quad (Eq. 3)$$

Per a tot el reactor s'ha d'integrar:

$$\int_0^V dV = F_{A0} \cdot \int_0^{X_A} \frac{dX_A}{r_A} \rightarrow V = F_{A0} \cdot \int_0^{X_A} \frac{dX_A}{r_A}$$

Per aïllar el temps:

$$\tau = \frac{V}{Q} = C_{A0} \cdot \int_0^{X_A} \frac{dX_A}{r_A} \quad (Eq. 4)$$

La relació V/Q es defineix com el temps espacial “ τ ”: és el temps necessari per tractar un volum d'alimentació igual a volum del reactor, mesurat en condicions determinades (Fogler, 2001).

$$\tau = \frac{C_{A0} \cdot V}{F_{A0}} = \frac{\left(\frac{\text{mols de A que entren}}{\text{Volum d'alimentació}}\right) \cdot (\text{Volum del reactor})}{\left(\frac{\text{mols de A que entren}}{\text{temps}}\right)} = \frac{V}{Q}$$

$$= \frac{(\text{Volum del reactor})}{(\text{Cabal volumètric d'alimentació})} \quad (Eq. 5)$$

Per calcular el volum del reactor tubular, utilitzarem la següent equació:

$$V = S \cdot l = \pi \cdot r^2 \cdot l \quad (Eq. 6)$$

Balanç tèrmic

L'equació del balanç tèrmic, aplicada a un element de reactor, ens dona:

$$dq = (dH)_T + (dH)_x$$

$$(dH)_T = \frac{\Delta H^\circ}{v_A} \cdot F_{A0} \cdot dx$$

$$(dH)_x = F \cdot \bar{M}_0 \cdot C_p \cdot dT$$

C_p = calor específica de la massa reaccionant (kcal/kg °C)

\bar{M}_0 = pes molecular mig a l'entrada del reactor ($\bar{M}_0 = \sum M_i \cdot y_{i0}$)

Substituint a partir de l'equació de transmissió de calor, resulta:

$$dq = U \cdot (T_j - T) \cdot dA = \frac{\Delta H^\circ}{v_A} \cdot F_{A0} \cdot dx + F \cdot \bar{M}_0 \cdot Cp \cdot dT \quad (Eq. 7)$$

Donada la geometria del reactor tubular es complirà:

$$\left. \begin{aligned} dA &= N_T \cdot (\pi \cdot D) \cdot dL \\ dV &= N_T \cdot \left(\pi \cdot \frac{D^2}{4} \right) \cdot dL \end{aligned} \right\} \quad dA = \frac{4 \cdot dV}{D} \quad (Eq. 8)$$

N_T = nombre total de tubs, en paral·lel, del reactor.

D = diàmetre interior d'un tub del reactor (m).

$$dq = U \cdot (T_j - T) \cdot dA = \frac{4 \cdot U \cdot (T_j - T) \cdot dV}{D} \quad (Eq. 9)$$

Quedant:

$$\frac{4 \cdot U \cdot (T_j - T) \cdot dV}{D} = \frac{\Delta H^\circ}{v_A} \cdot F_{A0} \cdot dx + F \cdot \bar{M}_0 \cdot Cp \cdot dT \quad (Eq. 10)$$

2.3. Conducció elèctrica per dissolucions

Segons la llei de Kohlrausch de la migració independent de ions, la conductivitat específica κ d'una dissolució de 'i' espècies iòniques diferents és la suma de les seves conductivitats específiques κ_i , i com que la conductivitat específica és el producte de la conductivitat equivalent Λ_i per la concentració C_i (eq·g/cm³) s'obté:

$$\kappa = \sum_i \kappa_i = \sum_i \Lambda_i C_i \quad (\Omega^{-1} \text{cm}^{-1}) \quad (\text{Eq. 11})$$

La conductivitat específica del procés serà deguda només a la base utilitzada:

$$\kappa_{t=0} = (\lambda_{\text{Na}^+} + \lambda_{\text{OH}^-}) \cdot C_{B0} \cdot 10^{-3} \quad (\Omega^{-1} \text{cm}^{-1}) \quad (\text{Eq. 12})$$

La conductivitat específica de la dissolució, al cap d'un temps 't' serà:

$$\kappa_{t=t} = (\lambda_{\text{Na}^+} C_{B0} + \lambda_{\text{OH}^-} (C_{B0} - C_A) + \lambda_{\text{R}^-} C_A) \cdot 10^{-3} \quad (\Omega^{-1} \text{cm}^{-1}) \quad (\text{Eq. 13})$$

En les dos equacions anteriors (Eq 12 i Eq 13) λ_{OH^-} i λ_{Na^+} són les conductivitats iòniques de les espècies OH^- i Na^+ , C_{B0} la concentració inicial de sosa i C_A la concentració de ester a temps 0.

Aïllant les equacions 12 i 13 obtenim:

$$C_A = \frac{(\kappa_{t=0} - \kappa_{t=t}) \cdot 10^3}{\lambda_{\text{OH}^-} - \lambda_{\text{R}^-}} \left(\frac{\text{eq} \cdot \text{g}}{l} \right) \quad (\text{Eq. 14})$$

On C_A és la concentració d'ester a la sortida, $\kappa_{t=0}$ la conductivitat específica per a $t = 0$, $\kappa_{t=t}$ la conductivitat específica per a un temps t i λ_{OH^-} i λ_{R^-} són les conductivitats iòniques de les espècies OH^- i R^- .

És a dir, determinant la conductivitat específica de la dissolució en el temps $t = 0$ i a diversos intervals de temps $t = t$ i determinant les conductivitats iòniques λ_{OH^-} i λ_{R^-} es poden aïllar les respectives concentracions C_A .

Les conductivitats iòniques λ_{OH^-} i λ_{R^-} es poden determinar de la següent manera:

Es preparen dissolucions de NaOH i RNa 0,01M, es termostitzen a la temperatura escollida per a la hidròlisi i es determinen les conductivitats de cadascuna de les dissolucions:

$$\kappa_{\text{NaOH}} = (\lambda_{\text{Na}^+} + \lambda_{\text{OH}^-}) \cdot C_{A0} \cdot 10^{-3} \quad (\Omega^{-1} \text{cm}^{-1}) \quad (\text{Eq. 15})$$

$$\kappa_{\text{RNa}} = (\lambda_{\text{R}^-} + \lambda_{\text{Na}^+}) \cdot C_{B0} \cdot 10^{-3} \quad (\Omega^{-1} \text{cm}^{-1}) \quad (\text{Eq. 16})$$

És important que les concentracions inicials de les dissolucions siguin les mateixes per poder aïllar $C_{A0} = C_{B0} = C_0$:

$$\lambda_{OH^-} - \lambda_{R^-} = \frac{(\kappa_{NaOH} - \kappa_{RNa}) \cdot 10^3}{C_0} \left(\frac{\Omega^{-1} cm^{-2}}{eq \cdot g} \right) \quad (Eq. 17)$$

On C_0 és la concentració inicial de la sosa o el èster (que han de ser iguals), κ_{NaOH} la conductivitat de la dissolució de NaOH, κ_{RNa} la conductivitat de la dissolució de RNa i $\lambda_{OH^-} - \lambda_{R^-}$ el factor que es vol aïllar.

El factor 10^3 apareix per el següent:

$$C_0 \rightarrow \frac{mol}{litre} = \frac{mol}{dm^3} = \frac{mol}{10^3 cm^3}$$

la concentració ha d'estar en cm^3 ja que la conductivitat està en $\Omega^{-1} cm^{-1}$ (EDIBON, 2009).

2.4. Equació cinètica i velocitat de reacció

La rapidesa de la transformació d'un determinat compost s'avalua respecte a dues magnituds, una d'elles és de tipus geomètric, volum, superfície, etc.; l'altre és el temps.

L'expressió més usual de velocitat és la donada com el nombre de mols d'un determinat compost que desapareixen (o apareixen) per unitat de volum de reactor i per unitat de temps. És molt freqüent, en el cas d'intervenir catalitzadors sòlids, referir-se a la unitat de superfície de catalitzador.

$$\pm r_i = \frac{1}{V} \cdot \frac{dN_i}{dt} \text{ (Eq. 18)}$$

$$\pm r'_i = \frac{1}{S} \cdot \frac{dN_i}{dt} \text{ (Eq. 19)}$$

Si igualem les dues equacions ens queda:

$$r_i \cdot V = r'_i \cdot S \text{ (Eq. 20)}$$

Essent V el volum de reactor i S l'àrea de catalitzador.

S'utilitza el signe positiu (+) per a la formació de compostos i el signe negatiu (–) per a la seva desaparició.

S'ha demostrat a través de múltiples experiències que la velocitat d'un procés és una funció de la temperatura, pressió i composició del sistema, essent aquesta funció específica per cada reacció i trobant-se per via experimental. L'expressió matemàtica d'aquestes funcions es denomina equació cinètica.

El segon terme de l'equació cinètica, en reaccions homogènies, està format per dos factors. Un factor expressa la influència de la composició i és, generalment, de forma potencial $C_A^\alpha C_B^\beta$, anomenant-se ordre respecte a cada component a l'exponent corresponent. L'ordre de la reacció és la suma dels exponents. En les reaccions elementals l'ordre es correspon amb la molecularitat, és a dir, amb els coeficients estequiomètrics sencers i no susceptibles de divisió per un factor comú (Levenspiel, 2004).

Segons l'ordre de la reacció es consideren les següents equacions:

Ordre de reacció (n)	Llei de velocitat	Equació concentració-temps
0	$r_a = k$	$k = -[C_A - C_{A0}'] \cdot \frac{1}{\tau}$
1	$r_a = k \cdot C_A$	$k = -[\ln C_A - \ln C_{A0}'] \cdot \frac{1}{\tau}$
2	$r_a = k \cdot C_A^2$	$k = \left[\frac{1}{C_A} - \frac{1}{C_{A0}'} \right] \cdot \frac{1}{\tau}$

Taula 2.1. Relació d'equacions dependent de l'ordre de reacció (Font: Edibon, 2009)

En el cas del reactor tubular, la reacció que s'estudiarà en l'apartat experimental és una reacció d'ordre 2 (n=2), per tant, l'equació cinètica serà:

$$r_A = k \cdot C_A^2 \text{ (Eq. 21)}$$

I l'equació que utilitzarem per trobar la constant de velocitat (k) serà:

$$k = \frac{1}{\tau} \cdot \left[\frac{1}{C_A} - \frac{1}{C_{A0}'} \right] \text{ (Eq. 22)}$$

Per tal de trobar la conversió al llarg del temps en el reactor tubular caldrà utilitzar la següent equació:

$$X_A = \frac{(C_{A0}' - C_A)}{C_{A0}'} \text{ (Eq. 23)}$$

El factor que indica la influència de la temperatura és de tipus exponencial, exp (-E/RT). L'exponent depèn de la constant dels gasos ideals R (cal/mol·K) o bé (J/mol·K), de l'invers de la temperatura absoluta i d'una constant característica del sistema que indica la seva major o menor capacitat per reaccionar i es denomina energia d'activació.

Mitjançant l'equació d'Arrhenius, podem trobar l'energia d'activació de l'operació a partir de diferents valors de k:

$$k = A \cdot e^{-E_a/RT} \text{ (Eq. 24)}$$

Si desenvolupem l'equació ens queda:

$$\ln k = -\frac{E_a}{RT} + \ln A \text{ (Eq. 25)}$$

On:

k: constant cinètica

Ea: energia d'activació d'Arrhenius

A: Factor preexponencial d'Arrhenius.

T: Temperatura

R: constant dels gasos: 8,314 J/mol·K ; 1,989 cal/mol·k

Representant $\ln k$ en front de $1/T$ hem d'obtenir una línia recta de pendent $-E_a/R$ i d'ordenada a l'origen $\ln A$ (EDIBON, 2009).

3. DISTRIBUCIÓ DEL TEMPS DE RESIDÈNCIA

El comportament real dels reactors no s'ajusta experimentalment a les situacions d'un reactor ideal, perquè sempre existeixen desviacions que poden provocar una disminució en l'eficàcia del procés (canalitzacions, zones mortes, etc). Existeixen diversos mètodes que tenen en compte aquestes no idealitats que es veuen reflectides en el flux. Un d'aquests mètodes és mitjançant la distribució del temps de residència del material que circula a través del recipient.

La distribució de temps de residència és el temps que triga un element de fluid (traçador) en recórrer el sistema des de l'entrada fins a la sortida del reactor (Levenspiel, 1986).

La determinació experimental de les funcions de distribució de temps de residència es realitza experimentalment mitjançant tècniques que s'engloben al grup de les "*TÈCNiques ESTÍMUL-RESPOSTA*". S'estimula, és a dir, es pertorba el sistema a l'entrada i s'observa la resposta a la sortida, la qual és funció del mode de fluir a través del recipient.

L'estímul és la introducció (o injecció) d'un traçador a la corrent d'entrada, mentre que la resposta és la representació de la concentració de traçador a la corrent de sortida en front al temps. El traçador és una substància fàcilment identificable (per exemple un compost radioactiu, un colorant, una solució elèctricament conductora, etc) la qual no ha de pertorbar el flux (ha de tenir les mateixes propietats físiques que el fluid a tractar) i no ha de reaccionar ni absorbir-se en el recipient.

Experimentalment es pot trobar aquesta distribució utilitzant un traçador físic o no reactiu; tot i que quan es tenen objectius especials pot interessar més utilitzar un traçador reactiu.

La inclusió del traçador al sistema reaccionant en l'alimentació pot ser de tipus impuls o de tipus esgraó (Cunill, Iborra & Tejero, 2010).

3.1. Experiment de tipus impuls

L'entrada en impuls consisteix en la introducció instantània de M kg o mols de traçador coneguts en el corrent de fluid que entra al reactor durant un temps determinat (Cunill, Iborra & Tejero, 2010).

En la següent imatge podem observar la resposta a l'entrada i a la sortida del reactor en un experiment de tipus impuls:

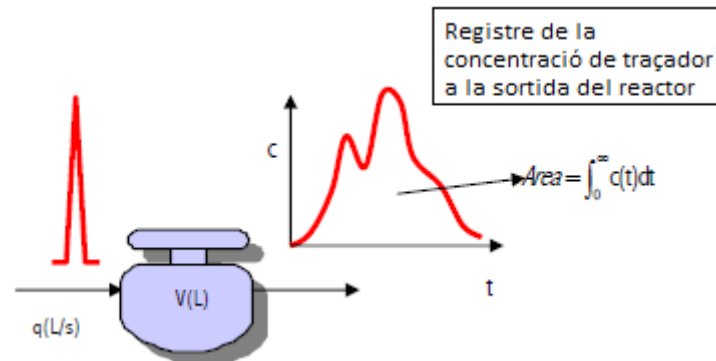


Figura 3.1. Entrada i resposta a la sortida d'un experiment tipus impuls (Font: Cunill, Iborra & Tejero, 2010)

A partir de les equacions de balanç de matèria podem trobar l'àrea i el temps mitjà de residència:

$$\text{Àrea} = \frac{M}{q} \quad (\text{Eq. 26}) \quad \text{on } M = [\text{kg o mols afegits}]$$

$$\bar{t} \text{ (temps mitjà de residència)} = \frac{V}{q} \quad (\text{Eq. 27})$$

En primer lloc, es realitza una injecció de l'impuls i es mesura la corba de resposta, *Concentració (C)* enfront el *temps (t)*. Llavors:

- S'observa si tot és consistent amb aquesta corba C enfront t , és a dir, que l'experiment s'ha realitzat adequadament i tot està bé.
- Es canvia l'escala de la corba C enfront t per obtenir la corba E_t o la seva versió adimensional E_θ .
- S'utilitza la corba E per inventar un model de flux o per trobar directament el comportament del reactor.

La funció $E(t)$ o de densitat de distribució de temps de residència (del corrent de sortida) és la freqüència de distribució d'edat dels elements de fluid que abandonen el recipient. Té unitats de fracció d'edat per unitat de temps.

Per trobar la corba E_t (la DTR) a partir de la corba experimental C enfront t es canvia simplement l'escala de concentració de mode que l'àrea sota la corba de resposta sigui la unitat. Per portar a terme aquest canvi es divideixen les lectures de concentració per M/v :

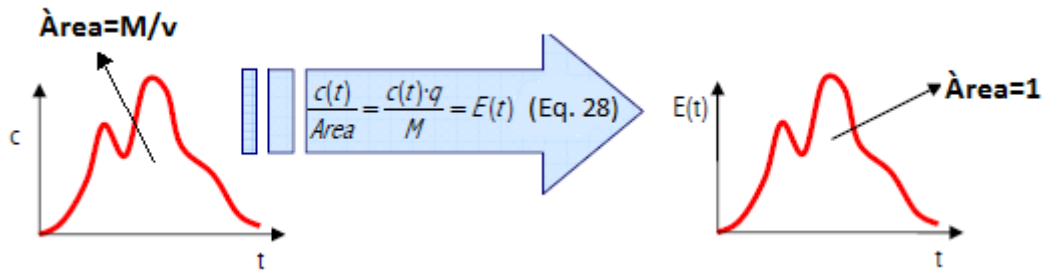


Figura 3.2. Elaboració de la corba $E(t)$ (Font: Cunill, Iborra & Tejero, 2010)

Mentre que per passar a la funció adimensional haurem d'utilitzar les següents equacions:

$$\Theta = \frac{t}{\bar{t}} = \frac{t \cdot q}{V} \quad (\text{Eq. 29})$$

$$E_{\Theta} = \bar{t} \cdot E_t = \frac{V}{q} \cdot E_t = \frac{V}{M} \cdot C(t) \quad (\text{Eq. 30})$$

Així doncs, obtenim la corba en funció d'una escala de temps adimensionals:

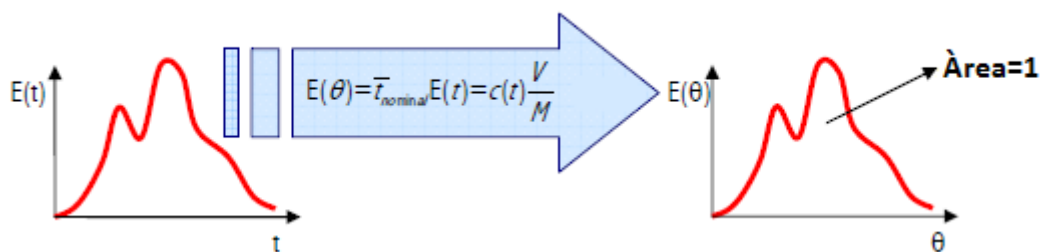


Figura 3.3. Elaboració de la corba $E(\Theta)$ (Font: Cunill, Iborra & Tejero, 2010)

3.2. Experiment de tipus esgraó

L'entrada en impuls consisteix en l'introducció a partir d'un moment determinat d'un cabal de traçador, w (kg/s), en el corrent de fluid que entra en el reactor (Cunill, Iborra & Tejero, 2010).

En la següent imatge podem observar la resposta a l'entrada i a la sortida del reactor en un experiment de tipus esgraó:

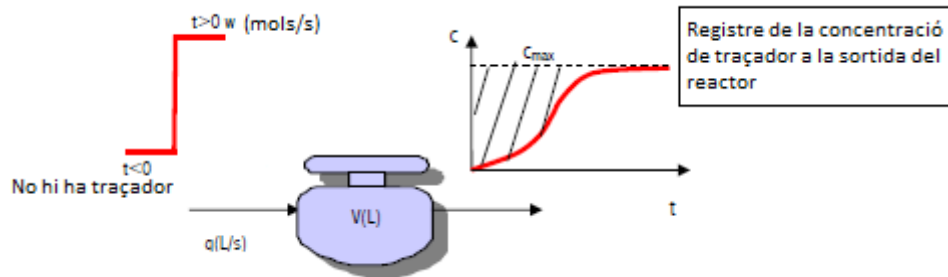


Figura 3.4. Entrada i resposta a la sortida d'un experiment tipus esgraó (Font: Cunill, Iborra & Tejero, 2010)

A partir de les equacions de balanç de matèria podem trobar la concentració màxima i l'àrea:

$$C_{max} = \frac{w}{q} \quad (Eq. 31) \quad \text{on } w = \left[\frac{\text{mols KCl}}{s} \text{ afegits} \right]$$

$$\text{Àrea sombrejada} = C_{max} \cdot \bar{t} = \frac{w \cdot V}{q^2} \quad (Eq. 32)$$

En primer lloc, es realitza un canvi de concentració en esgraó a l'entrada, es mesura la corba de resposta a la sortida i s'observa si tot es consistent en la gràfica obtinguda que relaciona concentració (C) i temps (t).

A continuació, per obtenir la funció d'esgraó normalitzada, anomenada corba F , es modifica la corba de sortida dividint $c(t)$ entre C_{max} , i posteriorment es passa a la corba adimensional introduint el valor de $\bar{t}_{nominal}$, com podem observar a continuació:

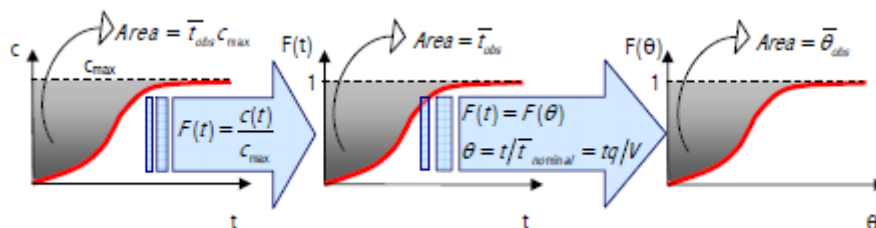


Figura 3.5. Elaboració de les corbes $F(t)$ i $F(\theta)$ (Font: Cunill, Iborra & Tejero, 2010).

3.3. Interpretació física de les funcions de distribució: Determinació de flux defectuós

L'observació de les corbes de distribució de temps de residència, $E(t)$, i la seva comparació amb les corbes dels models ideals, pot subministrar informació sobre l'existència de contacte o flux defectuós en els recipients de procés. En les figures següents s'indiquen algunes de les desviacions que poden trobar-se en el cas d'esperar que el flux s'aproximi a un flux pistó (Reactor tubular).

Per a un reactor amb un temps nominal determinat (V/q) si s'espera un flux en pistó i s'observen les següents respostes es poden deduir les següents alteracions (Cunill, Iborra & Tejero, 2010):

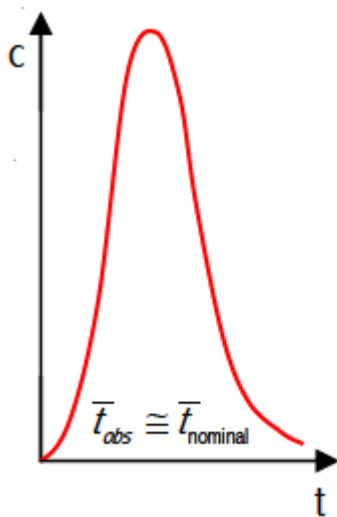


Fig 3.6: Corba esvelta, sense cua llarga i amb el temps mig observat aproximadament el nominal: **Flux en pistó. raonablement bo.**

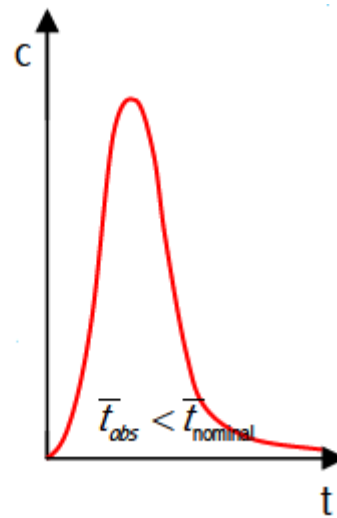


Fig 3.7: Corba esvelta, però primerenca, és a dir, amb el temps mig observat inferior al nominal i cues llargues: **Flux en pistó amb volum mort.**

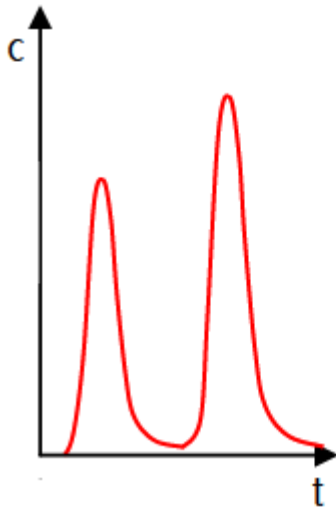


Fig 3.8: Doble pic: **Flux en paral·lel, presència de canalitzacions.**

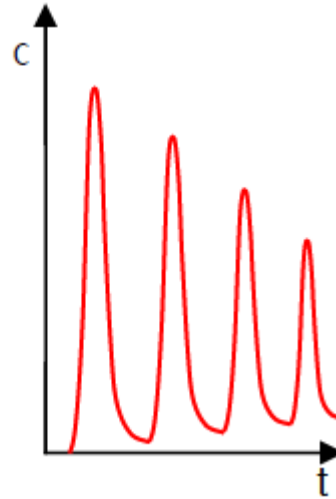


Fig 3.9: Múltiples pics decreixents a intervals regulars: **Recirculació interna.**

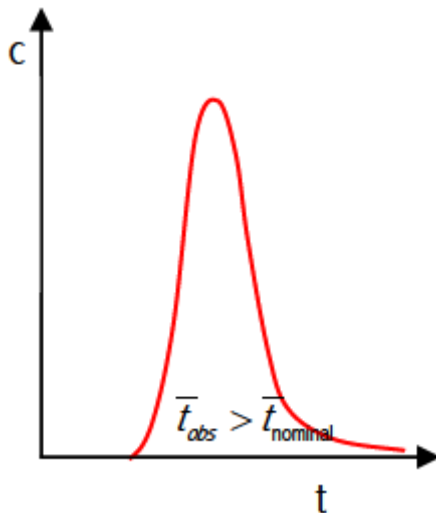


Fig 3.10: Temps mig observat superior al nominal: **Mesura incorrecta del volum i/o del cabal o traçador no inert.**

3.4. Model de tancs en sèrie

Aquest és un model d'un sol paràmetre vàlid per a petites desviacions del flux en pistó amb l'avantatge de ser matemàticament senzill per a qualsevol tipus de cinètica. El model consisteix en considerar una hipotètica sèrie de tancs agitats iguals i ideals col·locats en sèrie, de manera que el paràmetre és el nombre de tancs.

Suposem una entrada en impuls amb cabal (q) i volum (V) coneguts:

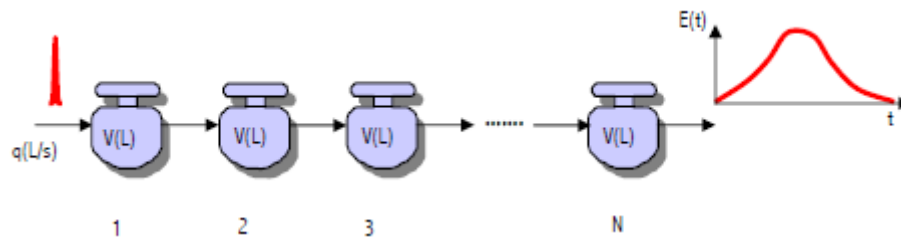


Figura 3.11. Entrada i resposta a la sortida amb simulació de tancs agitats (Font: Cunill, Iborra & Tejero, 2010)

El temps de residència de cada tanc és $\bar{t}_i = \frac{V_i}{q}$ (Eq. 33), de manera que el temps de residència del conjunt de N tancs en sèrie és:

$$\bar{t} = \frac{V}{q} = N \cdot \frac{V_i}{q} = N \cdot \bar{t}_i \text{ (Eq. 34).}$$

Les escales adimensionals són:

$$\theta_i = t/\bar{t}_i \text{ i } \theta = \frac{t}{\bar{t}} \text{ (Eq. 35) .}$$

Per calcular la corba de distribució de temps de residència s'utilitzaran les següents equacions:

Per a N tancs:

$$E(t) = \frac{1}{\bar{t}} \left(\frac{t}{\bar{t}} \right)^{N-1} \frac{N^N}{(N-1)!} \exp\left(-\frac{N \cdot t}{\bar{t}}\right) \text{ (Eq. 36)}$$

$$E(\theta) = \bar{t} \cdot E(t) = \frac{N(N \cdot \theta)^{N-1}}{(N-1)!} \exp(-N \cdot \theta) \text{ (Eq. 37)}$$

En la figura 3.12 podem observar les corbes $E(\Theta)$ per a diferents valors de N . Es demostra que a mesura que N augmenta les corbes tendeixen a ser cada cop més simètriques i gaussianes (s'aprecia a partir de $N > 20$). Per a $N > 50$ les corbes son ja pràcticament simètriques i gaussianes.

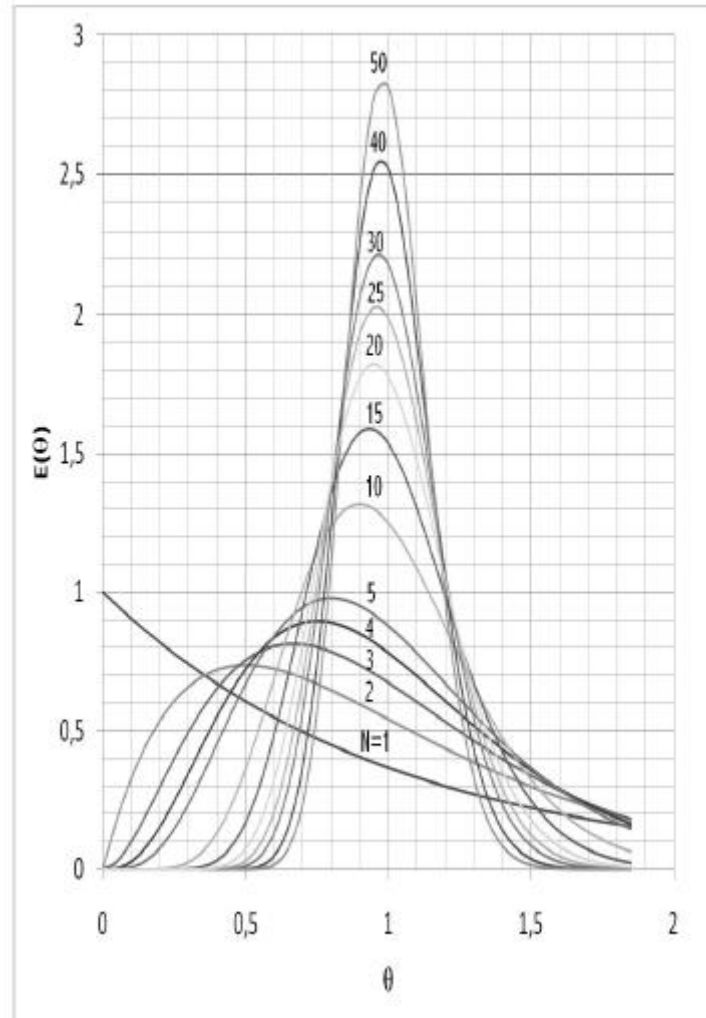


Figura 3.12. Corbes $E(\Theta)$ per a diferents valors de N (Font: Cunill, Iborra & Tejero, 2010)

Podem dibuixar la corba experimental $E(\Theta)$ en el gràfic per comparar amb les diferents corbes de $E(\Theta)$ per a diferents valors de N i observar quin d'ells reproduceix millor la situació experimental.

A partir de la corba $E(\Theta)$ experimental es pot estimar el paràmetre del model, en aquest cas N , a partir de la següent equació:

$$E(\Theta)_{max} = \frac{N}{\sqrt{2 \cdot \pi \cdot (N - 1)}} \quad (Eq. 38)$$

El valor de N pot resultar qualsevol valor positiu, no necessàriament enter, ja que el model és empíric.

Quan $N=0$, el model indica l'existència d'un curtcircuit complet pel que no hi ha flux en el recipient. Si $0 \leq N \leq 1$, el model representa una situació en la que hi ha curtcircuit i mescla. Quan $N=1$ s'obté mescla perfecta i a mesura que N augmenta es perd mescla. Per a $N \rightarrow \infty$ el model indica flux en pistó (Cunill, Iborra & Tejero, 2010).

4. REACTOR CONTINU TUBULAR

En aquest apartat hi ha tota la informació sobre la planta pilot del reactor tubular a nivell tècnic (característiques dels components de l'equip), de connexions i de posta a punt per posar en funcionament l'equip.

4.1. Planta pilot experimental

La planta pilot de la que es disposa és un equip de EDIBON que consta de:

- Mòdul base (QRUBI)
- Mòdul del reactor tubular (QRFT)
- Interface (QRQC)
- Software (SACED)



Figura 4.1. Planta pilot experimental (Font: Pròpia)

- **Mòdul base (QRUBI)**



Figura 4.2. Mòdul base (Font: Pròpia)

El mòdul base proporciona els elements necessaris per a la utilització dels diferents mòduls de reactors (tubular, tang agitat, etc.). Està constituït per:

- **Sistema d'alimentació de reactius:** està compost per dos dipòsits de vidre, de 10 litres de capacitat, dos bombes dosificadores i totes les connexions necessàries.
- **Sistema de control de temperatura:** està constituït per un bany termostàtic i una bomba d'impulsió.
- **Circuit de recollida de producte:** permet la ràpida i fàcil conducció dels productes obtinguts en els reactor cap al mòdul base i la seva deposició en el dipòsit corresponent.
- **Sistema de seguiment de la reacció:** El constitueix una cel·la de conductivitat i el conductímetre instal·lat en el panell frontal del mòdul base. La senyal rebuda per la cel·lula es transmet a l'ordinador a través de la interfase i el conductímetre permet la visualització dels valors d'una manera independent.

A continuació es mostren els diferents components del mòdul base:

- **Bany termostàtic**



Figura 4.3. Bany termostàtic (Font: Pròpia)

El bany termostàtic, consta d'una resistència (AR-1), d'una sonda de temperatura (ST-1), i d'una sortida i entrada d'aigua. La capacitat és de 9 litres i el rang de temperatura és: $T_{amb} + 5^{\circ}\text{C}$ i 60°C .

- **Bombes peristàltiques**



Figura 4.4. Bombes peristàltiques (Font: Pròpia)

L'equip consta de dues bombes peristàltiques.

Una bomba peristàltica és un tipus de bomba hidràulica de desplaçament positiu utilitzada per a bombejar una varietat de fluids.

Les dues bombes peristàltiques de l'equip tenen la funció de transportar els reactius cap al mòdul del reactor.

- **Bomba d'arrossegament magnètic**



Figura 4.5. Bomba d'arrossegament magnètic (Font: Pròpia)

Aquesta bomba té la funció d'impulsar l'aigua termotitzada des del bany termostàtic al mòdul del reactor.

S'utilitza aquest tipus de bomba perquè poden utilitzar-se amb líquids químicament agressius excloent tot risc de pèrdues externes.

El parell d'imants constitueix la connexió bomba-motor: l'imant de l'eix del motor transmet el moviment de rotació a l'altre imant i, com a conseqüència, al rodet.

- **Es disposa de tres dipòsits**



Figura 4.6. Dipòsits de reactius (Font: Pròpia)



Figura 4.7. Dipòsit de productes (Font: Pròpia)

Cada dipòsit té una capacitat de 10 litres. Dos dipòsits són per als reactius i l'altre per als productes.

Els dipòsits són de vidre Pyrex.

- **Rotàmetres**



Figura 4.8. Rotàmetres per mesurar cabal de líquids (Font: Pròpia)



Figura 4.9. Rotàmetre per mesurar cabal de gas (Font: Pròpia)

L'equip disposa de dos rotàmetres per a la mesura de cabal de líquids, de rang 0,7-7 l/h i 0,54-5,4 l/h respectivament.

També disposa d'un rotàmetre per a la mesura de cabal de gas, per a un cabal màxim de 1440 N·l/h i pressió màxima de 0,5 kg·cm⁻².

- **Conductímetre i sonda de conductivitat**

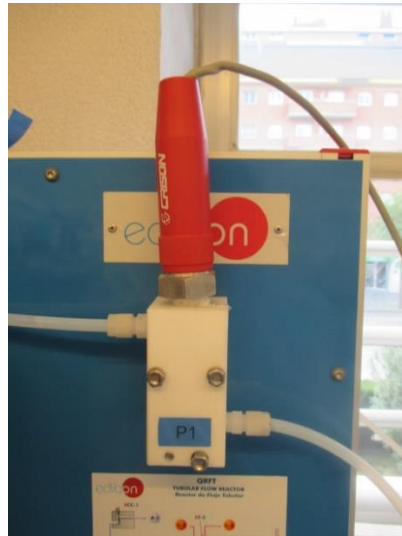


Figura 4.10. Sonda de conductivitat (Font: Pròpia)



Figura 4.11. Conductímetre (Font: Pròpia)

Serveix per portar a terme el seguiment de la concentració dels components de la reacció. El conductímetre està connectat a la interface electrònica.

- **Termopar tipus “J”**

Serveix per a mesurar la temperatura del reactor de forma continua.

- **Mòdul del reactor (QRFT)**

Aquest tipus de reactor està constituït per un tub simple continu en el que els reactants entren per un dels extrems del reactor i els productes surten per l'altre extrem, amb una variació contínua de la composició de la mescla de la reacció en l'interior.

Està format per:

- **Reactor tubular**

Està constituït per un conducte helicoïdal de tefló. El conducte té una llargada de 14,5 metres i un diàmetre intern de 6 mil·límetres.



Figura 4.12. Mòdul QRFT (Reactor tubular) (Font: Pròpia)

- **Preescalfador**

Es troba situat abans de l'entrada dels reactius al reactor, i té la funció de que els reactius entrin a una temperatura determinada per l'usuari a l'interface.

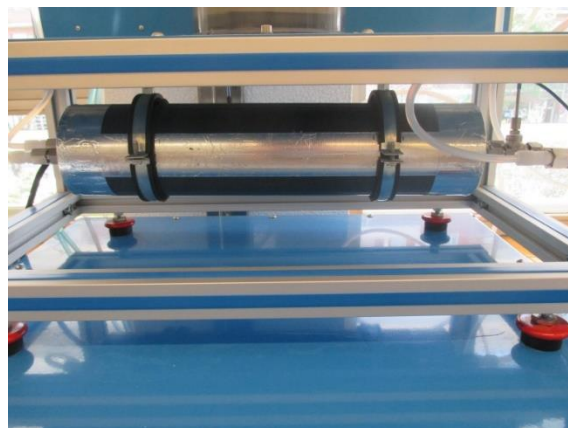


Figura 4.13. Preescalfador (Font: Pròpia)

4.2. Posta a punt de la planta pilot

4.2.1. Paràmetres i especificacions del reactor

- **QRUBI: Unitat Base.**

Aquest equip es comú per als reactors químics i pot treballar amb un o diversos reactors.

Té una estructura d'alumini anoditzat i panells d'acer pintat. Els principals elements metàl·lics són d'acer inoxidable.

L'equip té incorporades 4 rodes per facilitar la seva mobilitat.

Té incorporat un diagrama al panell frontal amb distribució similar a la dels elements en l'equip real.

Consta de:

- 2 bombes dosificadoras controlades des del computador (PC).
- 3 dipòsits de 10 litres fabricats en vidre Pyrex: dos d'ells per als reactius i el tercer per al producte.
- 2 rotàmetres per la mesura del cabal líquid. Rang del cabal: 0,7-7 i 0,54 – 5,4 l/h respectivament.
- Rotàmetre per mesurar el cabal de gas, per un cabal màxim de 1440 N·l/h i pressió màxima de 0,5 kg·cm⁻².
- Bany termostàtic de 9 litres que regula la temperatura entre $T^{\circ}_{\text{ambient}} + 5^{\circ}\text{C}$ i 70 °C.
- Interruptor de nivell.
- Una bomba, controlada des del computador (PC), per impulsar l'aigua des del bany termostàtic al reactor.
- Sensor de temperatura tipus "J" per conèixer la temperatura del reactor de forma continua.
- Control de temperatura a través del computador (PC).
- Sistema de control de la reacció. El control de la reacció es produeix mitjançant una cèl·lula de conductivitat i un conductímetre, connectat a la caixa-interface de control.
- Tots els elements de l'equip són químicament resistent.

- **QRQC/CIB: Caixa-Interface de control.**

Aquesta interface de control es comuna per als reactors químics i pot treballar amb un o diversos reactors.

Té incorporat un diagrama del procés en el panell frontal, amb la mateixa distribució que els elements a l'equip real.

Tots els sensors, amb els seus respectius senyals, estan adequadament preparats per a la sortida al computador de -10V. a +10V. Els connectors dels sensors a la interface tenen diferent numero de pins (de 2 a 16) per evitar errors de connexió.

Els elements de control de l'equip estan permanentment controlats des del computador, sense necessitat de canvis o connexions durant tot el procés d'assaig.

Visualització simultània al computador de tots els paràmetres que intervenen en el procés.

Calibratge de tots els sensors que intervenen en el procés.

Representació en temps real de les corbes de resposta del sistema.

Emmagatzematge de totes les dades del procés i resultats en un arxiu.

Representació gràfica, en temps real, de totes les respostes del sistema/procés.

Tots els valors dels actuadors poden ser modificats en qualsevol moment des del teclat, permetent l'anàlisi de les corbes i respostes del procés complet. Tots els valors dels actuadors i sensors i les seves respostes es mostren en una mateixa pantalla en el computador.

Senyals protegides i filtrades per evitar interferències externes.

Control PID en temps real amb flexibilitat de modificacions dels paràmetres PID des del teclat del computador, en qualsevol moment durant el procés.

Control PID i *on/off* en temps real per a bombes, compressors, resistències, vàlvules de control, etc.

Possibilitat d'automatització dels actuadors que intervenen en el procés.

Tres nivells de seguretat, un mecànic a l'equip, un altre electrònic a la interface de control i el tercer en el software de control (EDIBON, 2009).

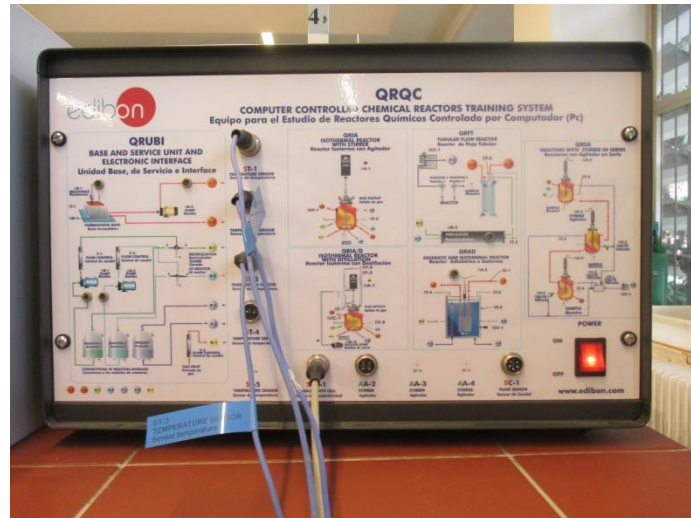


Figura 4.14. Interface de control (Font: Pròpia)

- **DAB: Targeta d'adquisició de dades.**

Aquesta targeta és comuna per als reactors químics.

Targeta d'adquisició de dades PCI (National Instruments) per ser allotjada en un slot del computador. Bus PCI.

Entrada analògica:

- Número de canals = 16 single-ended o 8 diferencials.
Resolució = 16 bits.
- Velocitat de mostreig fins a: 250 KS/s (Kilo mostres per segon)
- Rang d'entrada (V) = ± 10 V.
- Transferència de dades = DMA, interrupcions, E/S programades.
Canals DMA = 6.

Sortida analògica:

- Número de canals = 2. Resolució = 16 bits, 1 en 65536.
- Màx. velocitat de sortida fins a: 833 KS/s.
- Rang de sortida (V) = ± 10 V. Transferència de dades = DMA, interrupcions, E/S programades.

Entrada/Sortida digital:

- Número de canals = 24 entrades/sortides. Freqüència mostreig dels canals: 0 a 1 Mhz.
- Temporització: Comptador/temporitzadors = 2. Resolució: Comptador/temporitzadors: 32 bits.



Figura 4.15. Targeta d'adquisició de dades (Font: EDIBON, 2009)

QRFT: Reactor de Flux tubular.

Estructura d'alumini anoditzat i panells d'acer pintats.

Principals elements metàl·lics d'acer inoxidable.

Diagrama en el panell frontal amb distribució similar a la dels elements en l'equip real.

Temperatura controlada mitjançant un encamisat d'aigua, per un sensor de temperatura tipus "J".

Preescalfador elèctric amb una potència de 265 W per a les dues línies d'alimentació.

Reactor amb serpenti interior fabricat en tefló d'un diàmetre intern de 6 mm, longitud 14,5 m.

Sensor de temperatura tipus "J" que controla la temperatura de preescalfament.

Sensor de conductivitat.

Tots els elements de l'equip són químicament resistents (EDIBON, 2009).

Càlcul del volum del reactor tubular a partir de l'equació 6 (Eq. 6):

$$V = S \cdot l = \pi \cdot r^2 \cdot l = \pi \cdot 0,003 \, m^2 \cdot 14,5 \, m = 4,0997 \cdot 10^{-4} \, m^3 \\ = \mathbf{0,4099 \, litres}$$

On:

V: Volum del reactor

S: Secció

l: longitud del tub

r: radi del tub

4.2.2. Esquema de connexions de la planta pilot

Un cop hem descrit la planta pilot al complet, passem a explicar i descriure pas a pas com s'han de connectar els diferents tubs i cables per a posar en marxa el reactor.

Començarem connectant al mòdul del reactor (QRFT) el conductímetre a la placa P1, hem d'endollar a rosca el conductímetre a la placa P1.

A la unitat base (QRUBI) tenim els dos dipòsits de reactius, el dipòsit de producte, les dues bombes peristàltiques i la bomba per impulsar l'aigua del bany termostàtic a la camisa del reactor.

Per al bany termostàtic, connectem un dels cables verds per sota del bany cap a la bomba, que transportarà directament cap a la camisa del reactor l'aigua del bany termostàtic. Aquest cable s'anomena C1, i té una clau per obrir i tancar la circulació. Del reactor surt un altre cable verd anomenat C2, que fa el recorregut a la inversa, és a dir, transporta aigua de la camisa del reactor al bany termostàtic passant per la bomba. Aquest cable C2 també disposa d'una clau per obrir i tancar la circulació d'aigua.

Per al dipòsit del reactiu 1 (el dipòsit de l'esquerra), connectarem a la part de sota un tub fins a la bomba peristàltica 1 (la de l'esquerra), que aquesta connexió serà la sortida de reactiu 1 cap a la bomba. La bomba peristàltica impulsarà al reactiu cap al rotàmetre, i després passarà per una vàlvula de tres vies la qual ens permet: la recirculació cap al dipòsit del reactiu 1 (vàlvula de tres vies en posició cap a la dreta), la circulació del reactiu 1 cap al reactor amb previ pas pel preescalfador (vàlvula de tres vies en posició cap a l'esquerra, cable R1), o bé tancar la circulació (vàlvula de tres vies en posició cap a dalt).

Per al dipòsit del reactiu 2 (el dipòsit de la dreta), connectarem a la part de sota un tub fins a la bomba peristàltica 2 (la de la dreta), que aquesta connexió serà la sortida de reactiu 2 cap a la bomba. La bomba peristàltica impulsarà al reactiu cap al rotàmetre, i després passarà per una vàlvula de tres vies la qual ens permet: la recirculació cap al dipòsit del reactiu 2 (vàlvula de tres vies en posició cap a la dreta), la circulació del reactiu 2 cap al reactor amb previ pas pel preescalfador (vàlvula de tres vies en posició cap a l'esquerra, cable R2), o bé tancar la circulació (vàlvula de tres vies en posició cap a dalt).

Pel que fa al dipòsit de producte, hi han dos possibilitats de que arribi el producte: A la part de dalt del reactor, hi ha una vàlvula de la qual surten els dos cables per transportar el producte cap al dipòsit. Posarem la vàlvula cap a la dreta si volem que el producte vagi directament cap al dipòsit de producte (cable P2). Si volem que el producte passi per el conductímetre, i posteriorment arribi al dipòsit de producte, posarem la vàlvula cap a l'esquerra (cable P1).

Durant la realització dels diversos experiments, s'ha detectat que la sonda de conductivitat no mesurava correctament els valors de conductivitat degut a que el lloc on està situada no és l'adient. La sonda estava col·locada a la cel·la de conductivitat (placa P1) situada en el mòdul del reactor tubular, i s'ha hagut de fer un muntatge amb un trespeus on el líquid de producte va directament a la sonda de conductivitat, com veiem a la següent figura:



Figura 4.16. Muntatge alternatiu de la sonda de conductivitat (Font: Pròpia)

Al QRQC (interface de control), tenim totes les connexions de cables que connecten la planta pilot amb el software. Primer de tot, connectarem la part de darrera de la interface. Totes les entrades de la interface i els cables corresponents estan identificats amb adhesius blaus. Caldrà posar cada cable en la seva entrada posant atenció en l'adhesiu blau. La targeta d'adquisició de dades, l'hem de instal·lar en una ranura PCI de l'ordinador assegurant-nos que quedi fixa. També cal connectar el cable de la targeta d'adquisició de dades (DAB) a la dreta de la part de darrera de la interface, amb molta cura de no fer malbé cap pin del cable. L'altre extrem del cable de la targeta, l'hem de connectar a la ranura corresponent de l'ordinador.

A la part frontal de la interface hem de connectar els cables dels tres sensors de temperatura i el de la cel·la de conductivitat. Pel que fa als sensors, tenim:

- ST1-1: Connectarem el cable lila anomenat ST-1, que és el sensor de temperatura del bany termostàtic.
- ST2-2: Connectarem el cable lila anomenat ST-2, que és el sensor de temperatura del reactor tubular.
- ST3-3: Connectarem el cable lila anomenat ST-3, que és el sensor de temperatura del preescalfador.

Per últim, connectarem a SCC-1 el cable gris que surt del conductímetre anomenat SCC-1.

A continuació podem observar dos esquemes de les connexions de la planta pilot:

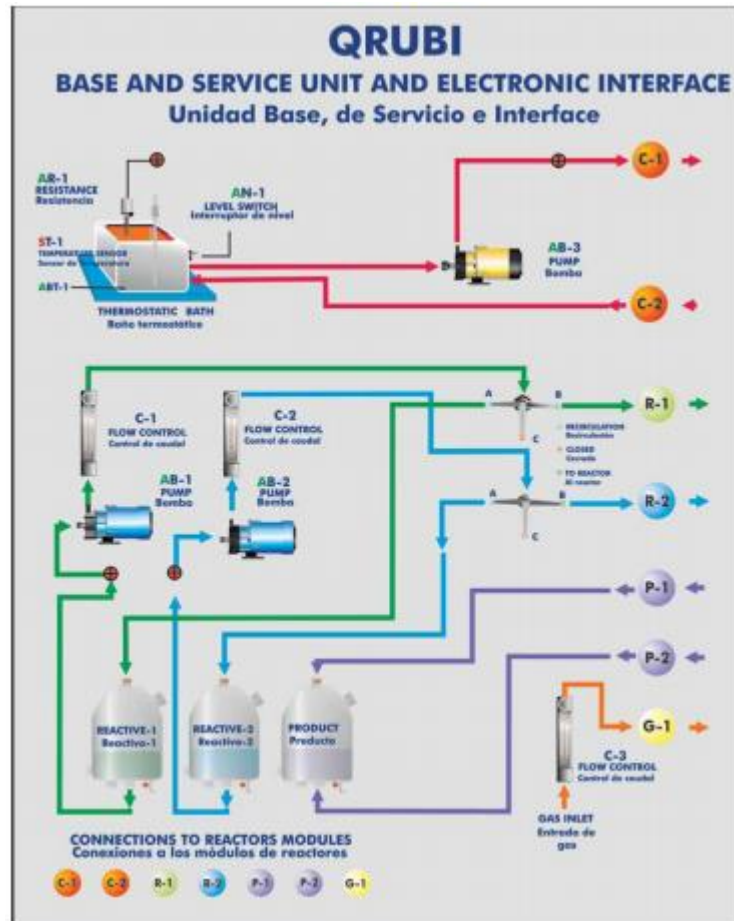


Figura 4.17. Esquema de connexions del QRUBI (Font: EDIBON, 2009)

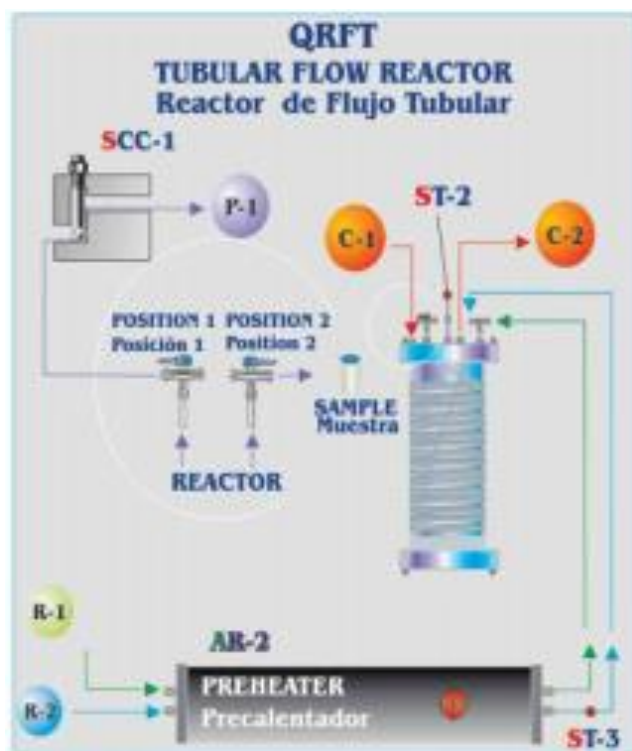


Figura 4.18. Esquema de connexions del QRFT (Font: EDIBON, 2009)

4.2.3. Calibratge del conductímetre

Per tal d'assegurar-nos del bon funcionament del conductímetre, cal realitzar un calibratge cada dos o tres mesos. L'equip te instal·lat al front del panell del mòdul base un conductímetre, que rep la senyal de la cèl·lula de conductivitat instal·lada en el reactor i l'envia cap a la interface convertida en una senyal de sortida de 4-20 mA.

La cèl·lula de conductivitat, de constant $0,1 \text{ cm}^{-1}$, s'ha de calibrar mitjançant una dissolució patró que ha estat subministrada per la casa EDIBON.

A continuació observem un esquema de la pantalla principal del conductímetre:

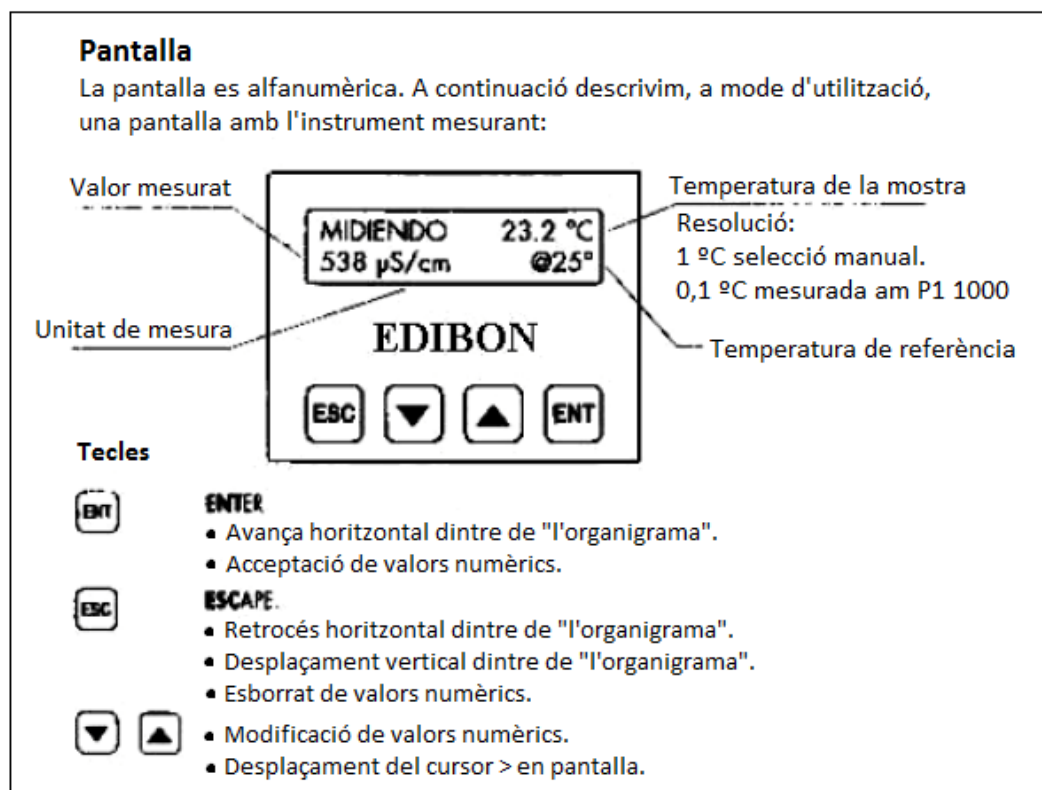


Figura 4.19. Comandes de la pantalla del conductímetre (Font: Edibon, 2009)

Per efectuar el calibratge seguirem els següents passos:

- Preparem en un vas de precipitats el patró de conductivitat.
- Al conductímetre, premem la tecla "ESC" i introduïm el codi: "100".
- Introduïm la cèl·lula en el patró de conductivitat, esperem uns segons i polsem "ENT".
- Ens apareixerà a la pantalla P1, el patró utilitzat i C1, la constant de cèl·lula determinada.
- Per últim, sortim del mode "calibratge" polsant "ENT" fins que a la pantalla surti el mode "MIDIENDO".

4.2.4. Posada en funcionament del reactor tubular

Per poder utilitzar l'equip, hem d'engegar l'ordinador i executar el programa QRQC tal i com es mostra a la *figura 4.20*. Posteriorment, seguirem els passos explicats a continuació per tal de fer servir el software.

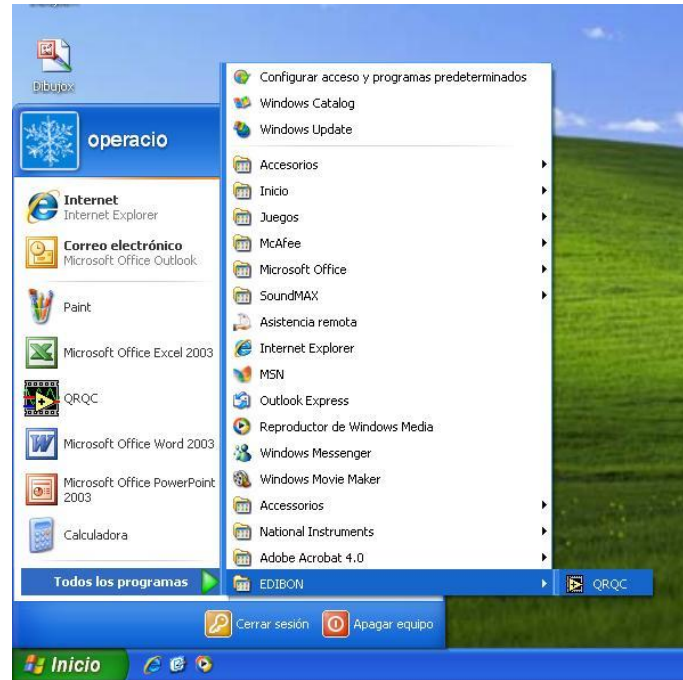


Figura 4.20. Inici QRQC (Font: Pròpia)

- **Pantalla principal:** A l'executar el programa QRQC, apareixerà una pantalla en la que podem seleccionar el mòdul amb el que volem treballar. En el nostre cas és el QRFT, que és el mòdul del reactor tubular.

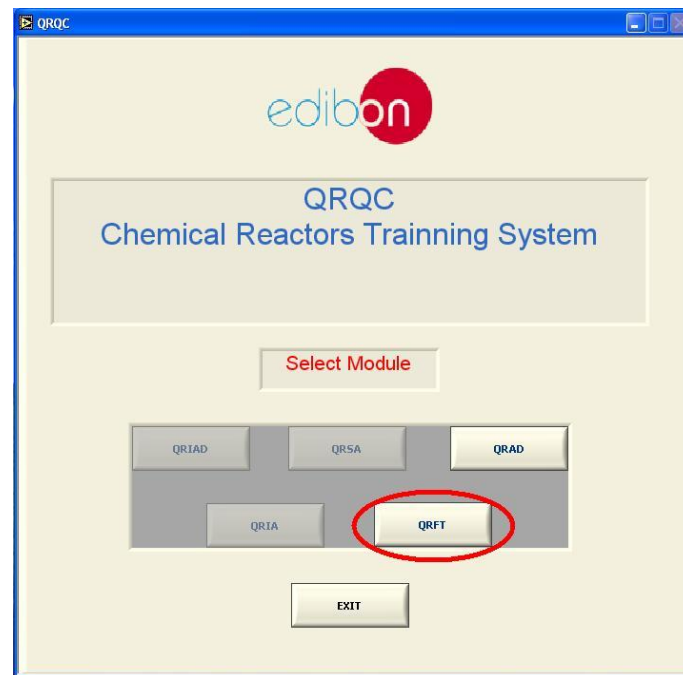


Figura 4.21. Pantalla d'inici del Software (Font: Pròpia)

- **Pantalla de control:** Després de seleccionar el mòdul QRFT a la pantalla principal, visualitzarem la següent pantalla:

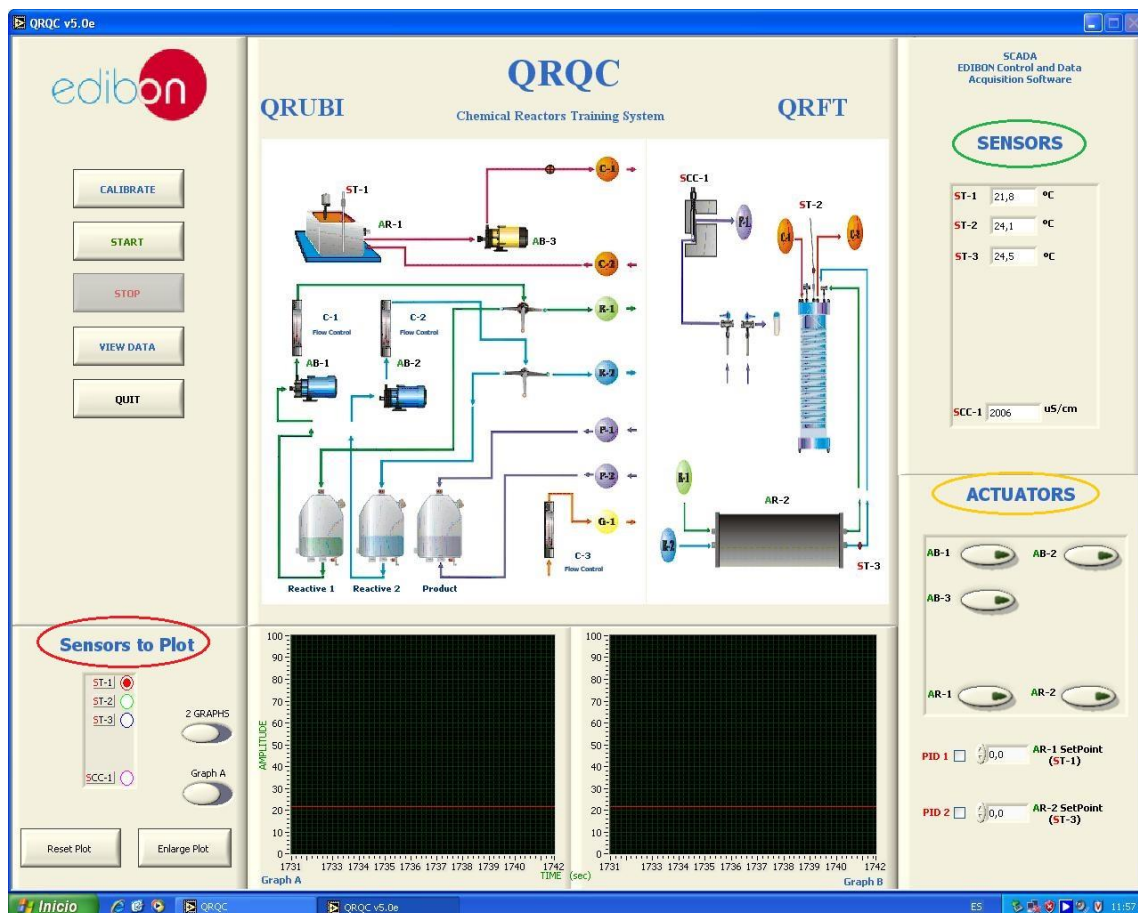


Figura 4.22. Pantalla principal del Software (Font: Pròpia)

Com podem observar, a dalt a l'esquerra hi han els controls principals:

- CALIBRATE: Permet llegir i modificar el fitxer de calibratge de l'equip.
- START: Comença l'execució demanant el nom del fitxer per emmagatzemar les dades. Després d'introduir un nom vàlid, comença l'adquisició.
- STOP: Para l'adquisició actual, per tant, aquest botó només estarà disponible si existeix alguna adquisició en curs.
- START SAVING/ STOP SAVING: Comença/acaba de gravar dades en el fitxer. El temps entre mostres emmagatzemades es pot configurar per l'usuari.
- VIEW DATA: Proporciona una nova finestra de representació gràfica en la qual els valors anteriorment adquirits i emmagatzemats es poden analitzar. Les dades tarden en carregar-se un temps, depenent de la mida del fitxer. Per finalitzar, cal clicar en DONE.
- QUIT: Apaga i surt del programa. No es pot utilitzar quan una adquisició està en procés o quan s'estiguin visualitzant dades.

- A baix a l'esquerra hi han els **“Sensors to Plot”**:

En aquest apartat tenim l'opció de visualitzar gràficament en temps real els valors presos pels sensors i visualitzar les mesures al llarg del temps.

Podem mostrar els sensors en diferents gràfiques o en una de sola per facilitar la comparació entre ells.

A la part esquerra, tenim els sensors acompanyats d'una rodona, cada una d'un color diferent. Si cliquem a l'interior de la rodona del sensor que volem visualitzar, ens mostrarà la seva evolució.

- A dalt a la dreta tenim els **“SENSORS”**:

Aquest panell mostra els indicadors gràfics o numèrics de les dades adquirides per els sensors. Els indicadors estan etiquetats amb els noms dels sensors:

- ST-1: Temperatura del bany termostàtic [°C].
- ST-2: Temperatura de l'interior del reactor [°C].
- ST-3: Temperatura del preescalfador [°C].
- SCC-1: Conductivitat [$\mu\text{S}/\text{cm}$].

- A baix a la dreta tenim els “**ACTUATORS**”:

- AB-1: Bomba del dipòsit 1 (reactiu 1).
- AB-2: Bomba del dipòsit 2 (reactiu 2).
- AB-3: Bomba del bany termostàtic (S'utilitza per omplir i buidar la camisa del reactor).
- AR-1: Control manual de la temperatura del bany termostàtic.
- AR-2: Control manual de la temperatura del preescalfador.
- PID 1: Control automàtic de la temperatura del bany termostàtic.
- PID 2: Control automàtic de la temperatura del preescalfador.

4.2.5. Buidatge complet de l'equip.

El buidatge complet de l'equip ha de realitzar-se quan no es vagi a fer ús de l'equip en 2 dies. D'una banda es realitzarà un buidatge del bany termostàtic i de la camisa del reactor, i d'altra banda es realitzarà un buidatge del tub del reactor.

➤ **Buidatge del bany termostàtic i de la camisa del reactor:**

1. Es comprova que la temperatura de l'aigua de termostatzació està suficientment baixa.
2. Es col·loca un recipient a la sortida de la clau de descàrrega de la camisa del reactor (aquesta clau està col·locada sota el perfil davanter, s'ha de manipular amb cura).
3. Es col·loca un recipient d'almenys un litre a la sortida de la clau de purga (a dalt del reactor).
4. S'obre la clau de purga.
5. Obrir la clau de descàrrega de la camisa. L'aigua del bany termostàtic anirà omplint la camisa del reactor, pel que fins que no estigui buit el bany termostàtic, no s'apreciarà baixada en el nivell de la camisa del reactor.
6. Un cop s'ha buidat completament, tancar les claus de descàrrega i de purga.

➤ **Buidatge del tub del reactor:**

Per tal de buidar el tub del reactor, s'ha de posar la vàlvula de tres vies de producte (a dalt del reactor) en posició cap a l'esquerra (cable P1), i s'ha de desconnectar el cable R1 a la part de darrere del mòdul del reactor tubular. D'aquesta manera es buida completament el tub del reactor tubular.

4.2.6. Recuperació d'arxius

Una vegada hem acabat l'experimentació, hem de recuperar les dades que prèviament hem guardat a l'ordinador. Per tal de trobar-les seguirem els passos següents:

- Des de l'escriptori de l'ordinador anirem a "inicio" → "Todos los programas" → "Mi PC".
- Una vegada dins, anirem a "Disco local (C:)".
- Entrarem a "Archivos de programa" i seleccionem la carpeta "EDIBON".

Un cop estiguem dins de la carpeta "EDIBON", trobarem tots els experiments guardats en forma d'arxius.

Per tal de poder obrir els arxius en un document EXCEL, entrarem des de el programa EXCEL i obrirem l'arxiu desitjat.

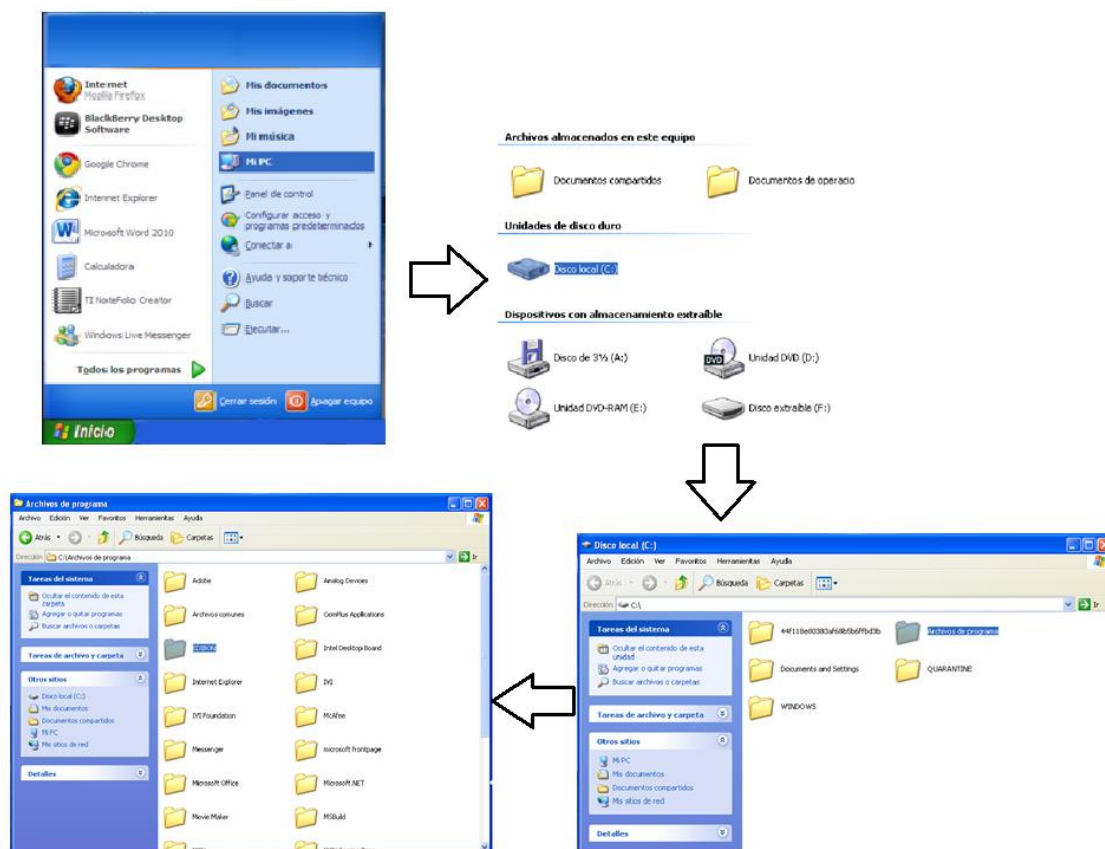


Figura 4.23. Esquema per a la recuperació d'arxius (Font: Pròpia)

4.3. Experiments inicials

Tots els experiments d'aquest apartat s'han realitzat amb aigua destil·lada.

4.3.1. Escalfament de la camisa del reactor

Aquesta experimentació consisteix en assignar a la interfase una temperatura determinada per a la camisa del reactor i comprovar que la sonda de temperatura del bany termostàtic (ST-1) i la sonda de temperatura del reactor (ST-2) funcionen correctament.

S'ha assignat una temperatura de 55°C per al bany termostàtic, d'aquesta forma, mitjançant l'activació de la bomba AB-3 quan la temperatura del bany termostàtic sigui de 55°C, s'impulsarà l'aigua del bany termostàtic a la camisa del reactor.

Tal i com es pot observar a la següent captura de pantalla del programa "SACED", la temperatura marcada és de 55°C en el bany termostàtic (AR-1- SetPoint) i la bomba impulsora "AB-3" es posa en funcionament quan la temperatura en el bany termostàtic sigui la desitjada.

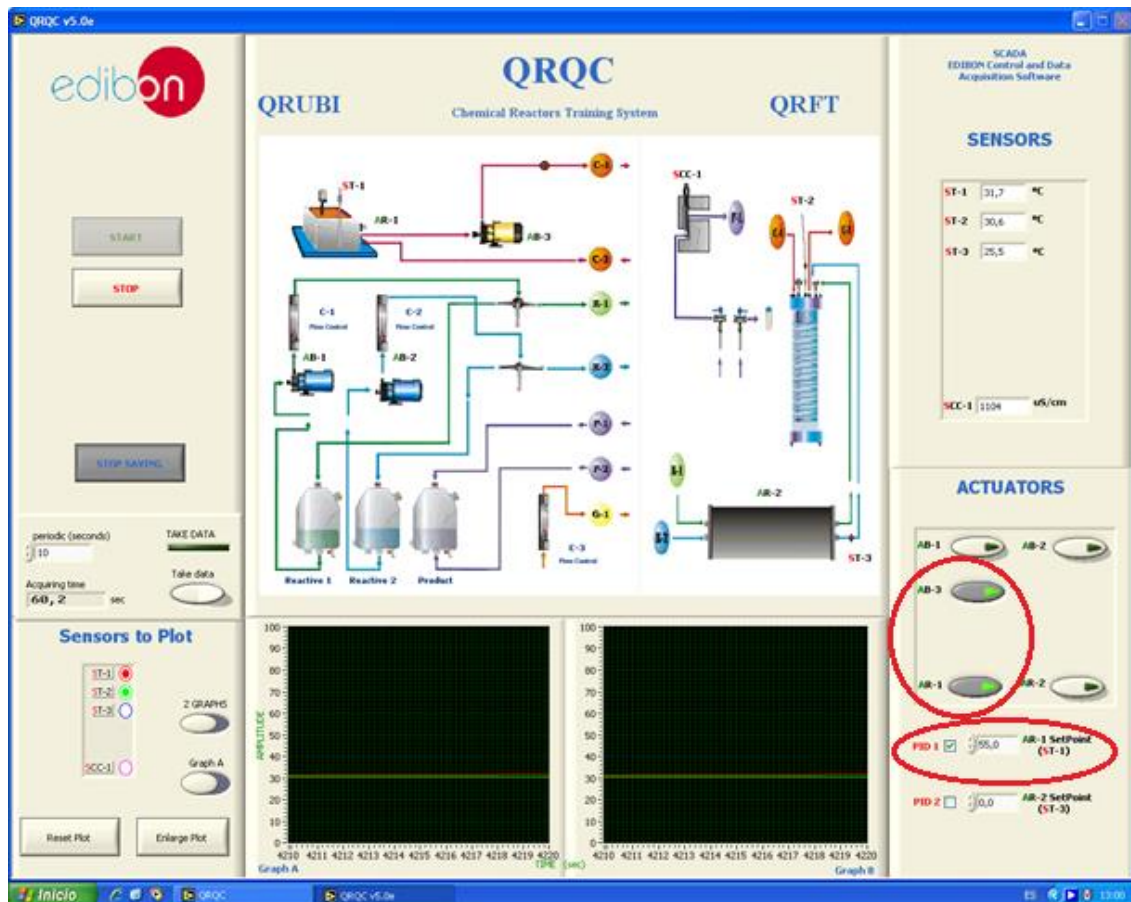


Figura 4.24. Pantalla principal del Software (Escalfament de la camisa) (Font: Pròpia)

Després del seguiment del procés, s'ha comprovat que el sensor de temperatura del bany termostàtic i el sensor de temperatura del reactor funcionen correctament, ja que quan ha arribat a 55°C, el sistema ha deixat d'augmentar la temperatura i s'ha mantingut en 55°C.

4.3.2. Escalfament del preescalfador de l'alimentació.

Aquesta experimentació consisteix en assignar en la interfase una temperatura determinada per al preescalfador, per tal de comprovar la sonda de temperatura del preescalfador (ST-3).

S'ha assignat una temperatura de 50°C a la interfase per al preescalfador, per tant, fins que no s'assoleixi aquesta temperatura, no podem posar en funcionament les bombes peristàtiques dels reactius.

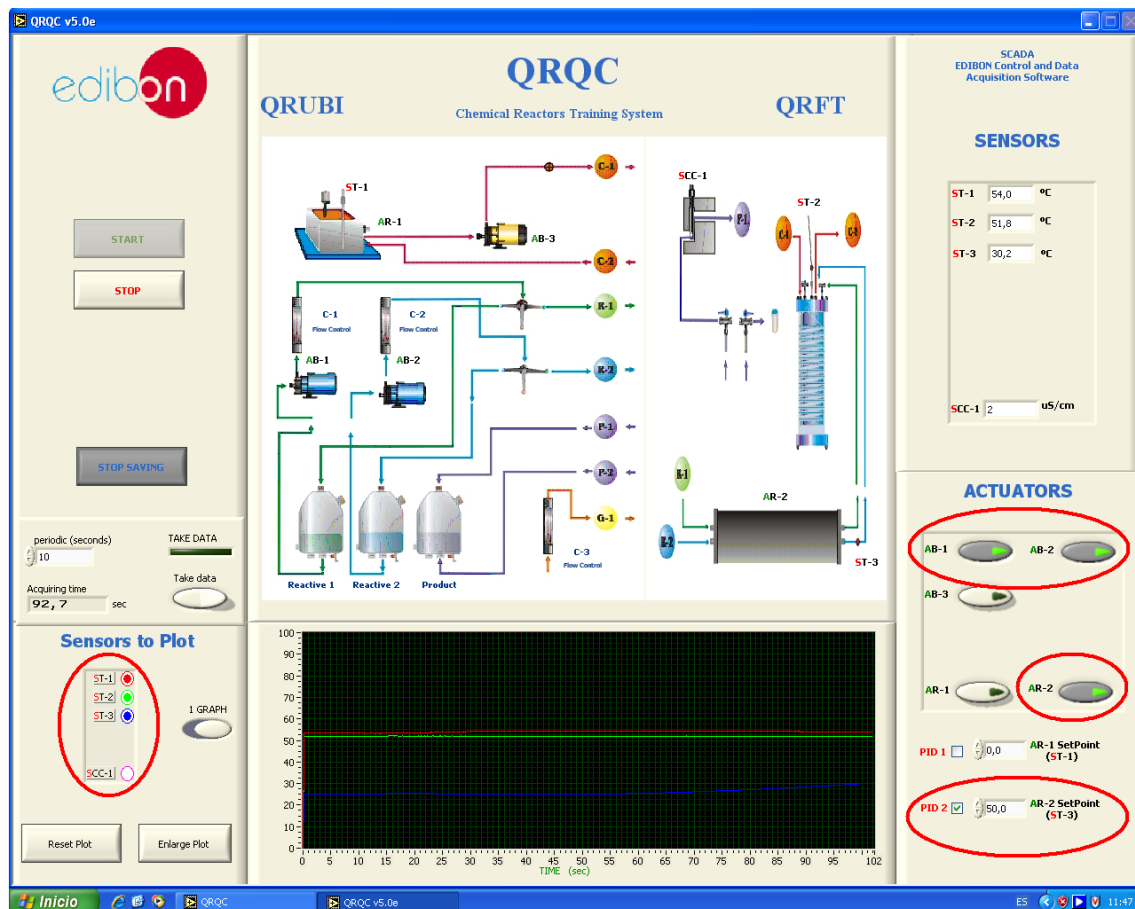


Figura 4.25. Pantalla principal del Software (Escalfament del preescalfador) (Font: Pròpia)

Un cop s'ha assolida la temperatura de 50°C en el preescalfador, el sistema deixa d'augmentar la temperatura en el preescalfador i la manté a 50°C. Per tant, es pot afirmar que el sensor de temperatura del preescalfador (ST-3), funciona correctament.

5. EXPERIMENTACIÓ EN LA PLANTA PILOT

Un cop hem fet la posta a punt de la planta pilot del reactor tubular, ja podem començar a realitzar un seguit d'experiments, que estan detallats a continuació.

Alguns d'aquests seguit de d'experiments han estat extrets del manual que ens ha subministrat la casa EDIBON, tot i que hem fet algunes variacions respecte al guió original de les pràctiques per tal d'adaptar-les a una utilització posterior en el laboratori de L'EPSEM.

En els annexes estan adjuntats els guions de les pràctiques realitzades per a que es puguin realitzar pas a pas d'una manera entenedora i pràctica.

5.1. Pràctica 1: Calibratge dels rotàmetres.

1. Objectiu

L'objectiu d'aquesta pràctica és dur a terme el calibratge dels dos rotàmetres de mesura de líquids dels que disposa la planta pilot del reactor tubular.

2. Instrumentació

- Mòdul base QRUBI i interfase.
- Software SACED.
- 1 L de dissolució 0,01M d'acetat d'etil.
- 1 L de dissolució 0,01M d'hidròxid de sodi.
- Cronòmetre.
- Provetes de 100, 250, 500 i 1000 mL de capacitat.

NOTA: Les fitxes de seguretat de l'hidròxid de sodi i de l'acetat de d'etil, es poden consultar a l'apartat d'annexes que es troba al final del treball.

3. Realització experimental

Procedirem a mesurar els cabals que passen pels rotàmetres seguint els següents passos:

Per al rotàmetre 1 (acetat d'etil):

1. Engegar l'ordinador i la interfase de control.
2. Obrir el software a l'ordinador (programa "SACED") i seleccionar el mòdul QRFT.
3. Posar la rodeta de la bomba peristàltica 1 (situada en el mòdul base sota el bany termostàtic) en la posició del 100%.
4. Desconnectar el tub "R1" que connecta el mòdul base amb el mòdul del reactor.
5. Posar en posició de recirculació la vàlvula del rotàmetre 1 (vàlvula cap a la dreta).
6. Avaluarem els rotàmetres al 10%, 40%, 50%, 60%, 70%, 80%, 90% i 100% de la seva escala percentual.
7. Posar en marxa la bomba 1 del reactiu 1 (acetat d'etil) mitjançant el programa SACED a l'ordinador: Seleccionem a la dreta de la pantalla "AB-1" (ara s'està re-circulant el reactiu 1).
8. Moure manualment la rodeta negra de la part inferior del rotàmetre i intentar estabilitzar-ho al 10%. Esperem uns 5 o 7 minuts fins que el cabal s'hagi estabilitzat al 10%.
9. Un cop s'ha estabilitzat el cabal, col·loquem la sortida del tub "R1" a la proveta de 100 mL.
10. Girem la vàlvula de tres vies cap a l'esquerra, engegarem el cronòmetre i mesurem durant 6 minuts el cabal del rotàmetre 1 al 10% de la seva escala percentual. Cal vigilar que el cabal es mantingui estable durant els 6 minuts.
11. Un cop han passat els 6 minuts, tornem a girar la vàlvula de tres vies en posició de recirculació (cap a la dreta), anotem el volum que ens marca la proveta i aboquem -amb l'ajuda d'un embut- l'acetat d'etil de la proveta cap al dipòsit del reactiu 1.
12. Repetim l'experiment una vegada més, i si fa falta, una tercera vegada.
13. Repetim l'experiment en el rotàmetre 1 al 10%, 40%, 50%, 60%, 70%, 80%, 90% i 100% de la seva escala percentual.

Per al rotàmetre 2 (hidròxid de sodi):

1. Engegar l'ordinador i la interfase de control.
2. Obrir el software a l'ordinador (programa "SACED") i seleccionar el mòdul QRFT.
3. Posar la rodeta de la bomba peristàltica 2 (situada en el mòdul base sota el bany termostàtic) en la posició del 100%.
4. Desconnectar el tub "R2" que connecta el mòdul base amb el mòdul del reactor.
5. Posar en posició de recirculació la vàlvula del rotàmetre 2 (vàlvula cap a la dreta).
6. Avaluarem els rotàmetres al 10%, 40%, 50%, 60%, 70% i 100% de la seva escala percentual.
7. Posar en marxa la bomba 2 del reactiu 2 (hidròxid de sodi) mitjançant el programa SACED a l'ordinador: Seleccionem a la dreta de la pantalla "AB-2" (ara s'està re-circulant el reactiu 2).
8. Moure manualment la rodeta negra de la part inferior del rotàmetre i intentar estabilitzar-ho al 10%. Esperem uns 5 o 7 minuts fins que el cabal s'hagi estabilitzat al 10%.
9. Un cop s'ha estabilitzat el cabal, col·loquem la sortida del tub "R2" a la proveta de 100 mL.
10. Girem la vàlvula de tres vies cap a l'esquerra, engegarem el cronòmetre i mesurem durant 6 minuts el cabal del rotàmetre 2 al 10% de la seva escala percentual. Cal vigilar que el cabal es mantingui estable durant els 6 minuts.
11. Un cop han passat els 6 minuts, tornem a girar la vàlvula de tres vies en posició de recirculació (cap a la dreta), anotem el volum que ens marca la proveta i aboquem -amb l'ajuda d'un embut- l'hidròxid de sodi de la proveta cap al dipòsit del reactiu 2.
12. Repetim l'experiment una vegada més, i si fa falta, una tercera vegada.
13. Repetim l'experiment en el rotàmetre 2 al 10%, 40%, 50%, 60%, 70% i 100% % de la seva escala percentual.

A les taules 5.1 i 5.2 s'indica la relació d'utilització de provetes adequades per a cada escala percentual:

Rotàmetre 1:

Escala percentual (%)	10	40 - 50	60 - 100
Proвета (mL)	100	250	500

Taula 5.1. Relació d'utilització de les provetes per al rotàmetre 1 (Font: Pròpia).

Rotàmetre 2:

Escala percentual (%)	10	40 - 60	70 - 100
Proвета (mL)	100	500	1000

Taula 5.2. Relació d'utilització de les provetes per al rotàmetre 2 (Font: Pròpia).

4. Resultats

➤ Rotàmetre 1 (Acetat d'etil)

	Volum (mL) en 6 minuts		
Escala percentual (%)	Assaig 1	Assaig 2	Cabal (l/h)
10	30	30	0,30
40	182	182	1,82
50	220	220	2,20
60	270	270	2,70
70	320	320	3,20
80	335	335	3,35
90	360	360	3,60
100	420	420	4,20

Taula 5.3. Cabals experimentals del rotàmetre 1.

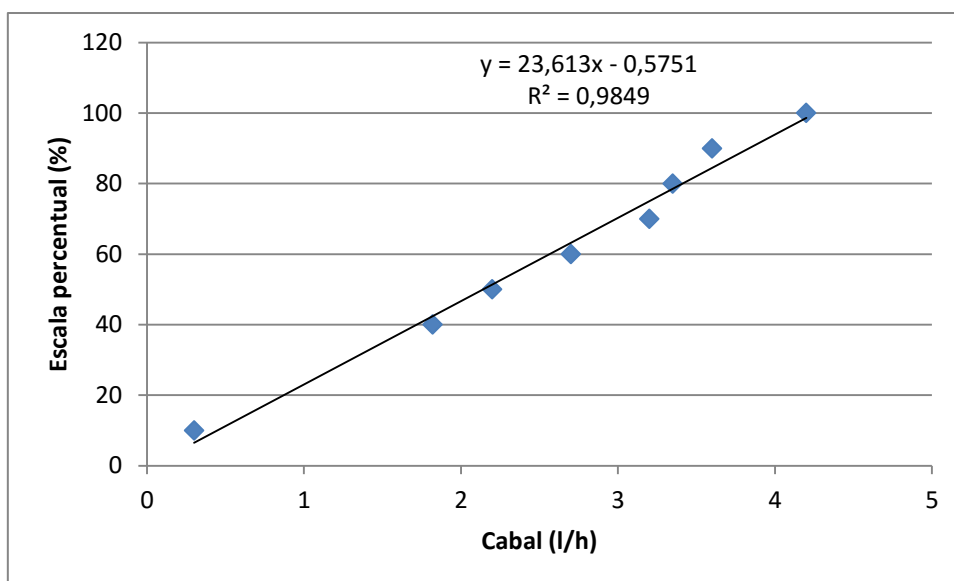


Figura 5.1. Evolució del cabal augmentant l'escala percentual (Rot.1)

➤ **Rotàmetre 2 (hidròxid de sodi)**

Escala percentual (%)	Volum (mL) en 6 minuts		Cabal (l/h)
	Assaig 1	Assaig 2	
10	26	26	0,26
40	270	270	2,70
50	370	370	3,70
60	440	440	4,40
70	510	510	5,10
100	720	720	7,20

Taula 5.4. Cabals experimentals del rotàmetre 2.

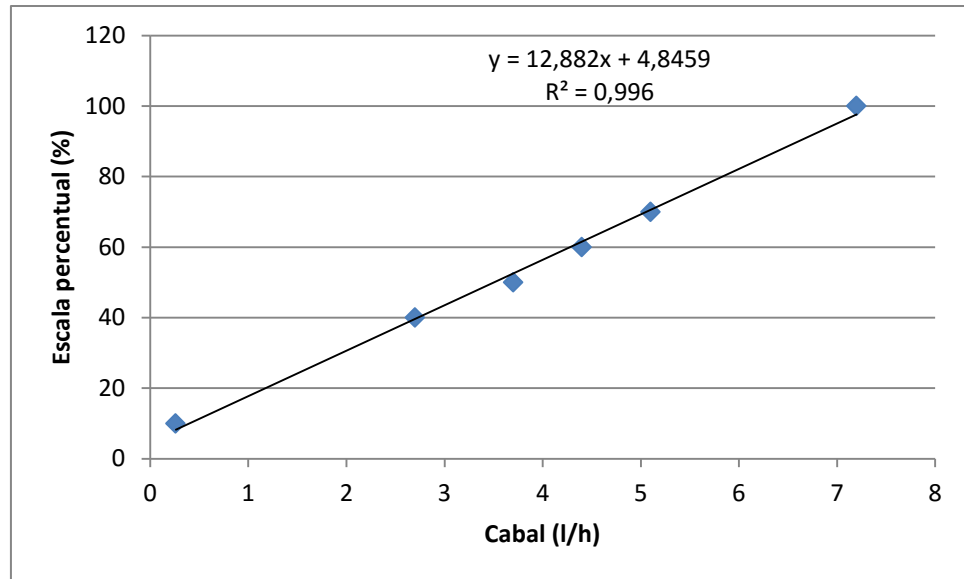


Figura 5.2. Evolució del cabal augmentant l'escala percentual (Rot.2)

5. Conclusions

Amb la realització d'aquesta pràctica hem pogut observar que és necessari calibrar els rotàmetres adequadament ja que l'escala percentual que es mostra en els rotàmetres per mesurar el cabal no és gaire precisa.

Hem pogut establir cabals iguals o molt similars entre els dos rotàmetres per tal de poder realitzar pràctiques posteriors que requereixen que els dos reactius tinguin un cabal igual.

La clau per a realitzar una mesura precisa dels cabals en les diferents escales percentuals està en deixar re-circular els cabals (clau dels rotàmetres cap a la dreta) fins que s'estabilitzin. D'aquesta manera el cabal serà molt més constant durant la mesura.

Com veiem en les figures 5.1 i 5.2, el cabal segueix una tendència bastant lineal. El fet de que l'evolució del cabal amb l'escala percentual no sigui totalment lineal és degut a que costa molt mantenir els rotàmetres estables, i això provoca petits errors de mesura.

5.2. Pràctica 2: Determinació de les conductivitats iòniques.

1. Objectiu

L'objectiu d'aquesta pràctica és la determinació de les conductivitats iòniques de l'acetat de sodi i de l'hidròxid de sodi, λ_{OH^-} i λ_{R^-} , a diferents temperatures (25, 35 i 45)°C.

Conèixer aquestes conductivitats serà útil per al tractament de les dades experimentals en posteriors pràctiques amb aquests reactius.

2. Instrumentació

- Mòdul base QRUBI i interfase
- Software SACHED
- Bec de bunsen
- 2 Vasos de precipitats
- Trespeus
- Reixeta
- 2 Matrassos aforats
- Balança
- Espàtula
- Termòmetre
- 1 L de dissolució d'hidròxid de sodi 0,01 M
- 1 L de dissolució d'acetat de sodi 0,01 M

NOTA: Les fitxes de seguretat de l'hidròxid de sodi i de l'acetat de sodi, es poden consultar a l'apartat d'annexes que es troba al final del treball.

3. Realització experimental

➤ Preparació dels reactius:

Inicialment, fem els càlculs de les dissolucions dels reactius que necessitem en aquesta pràctica:

- ACETAT DE SODI 0,01M:

$$1L CH_3COONa \cdot \frac{0,01 \text{ mols } CH_3COONa}{1 L CH_3COONa} \cdot \frac{136,08 g CH_3COONa}{1 mol CH_3COONa} \cdot \frac{100}{99,5} \\ = 1,3676 g CH_3COONa \approx \mathbf{1,37 g CH_3COONa}$$

- HIDRÒXID DE SODI 0,01M:

$$1L NaOH \cdot \frac{0,01 \text{ mols } NaOH}{1L NaOH} \cdot \frac{40 g NaOH}{1 mol} \cdot \frac{100}{99} = 0,404 g NaOH \approx \mathbf{0,40 g NaOH}$$

Seguidament procedim a preparar les dissolucions:

- Pesem els reactius i els col·loquem en un vas de precipitats per fer una dissolució prèvia.
- Tot seguit, introduïm les dissolucions en un matràs aforat d'un litre.
- A continuació, introduïm aigua destil·lada a l'interior fins a la meitat dels matrassos i agitem per tal de dissoldre els reactius correctament.
- Finalment, enrasem els matrassos.

➤ Seguiment de l'experiment

- 1) Iniciem el programa SATED-QRFT i la interfase.
- 2) Introduïm part de la dissolució d'acetat de sodi en un vas de precipitats.
- 3) Engueguem el bec de bunsen i col·loquem el trespeus i la reixeta.
- 4) Escalfem la dissolució fins a 25°C (amb l'ajuda del termòmetre controlem la temperatura) i mesurem la conductivitat mitjançant la sonda de conductivitat de l'equip. Anotem la mesura de la conductivitat.
- 5) Escalfem la dissolució fins a 35°C i tornem a mesurar i anotar la conductivitat.

- 6) Escalfem la dissolució fins a 45°C i tornem a mesurar i anotar la conductivitat.
- 7) Repetim tot el procés experimental amb la dissolució d'hidròxid de sodi.

4. Resultats

A continuació mostrem els resultats que hem obtingut en la realització d'aquest experiment a diferents temperatures, tant per l'hidròxid de sodi com per l'acetat de sodi:

Hidròxid de sodi 0,01M:

Temperatura (°C)	Conductivitat (μS/cm)	Conductivitat (S/cm)
25	2260	0,002260
35	2680	0,002680
45	3090	0,003090

Taula 5.5. Variació de la conductivitat amb la temperatura per al NaOH.

Acetat de sodi 0,01M:

Temperatura (°C)	Conductivitat (μS/cm)	Conductivitat (S/cm)
25	1020	0,001020
35	1221	0,001221
45	1472	0,001472

Taula 5.6. Variació de la conductivitat amb la temperatura per l'acetat de sodi.

5. Càlculs

A partir de les dades obtingudes a l'apartat anterior, realitzarem el càlcul de les conductivitats iòniques desitjades:

Amb la següent equació, calcularem la diferència entre les conductivitats iòniques:

$$\lambda_{OH^-} - \lambda_{EtO^-} = \frac{(k_{NaOH} - k_{EtONa}) \cdot 10^3}{C_0} \left[\frac{\Omega^{-1}cm}{eq \cdot g} \right] \quad (Eq. 17)$$

Fem el càlcul de la diferència entre les conductivitats iòniques per a cada temperatura (25, 35 i 45°C):

T = 25°C:

$$\lambda_{OH^-} - \lambda_{R^-} = \frac{(0,002260 - 0,001020) \cdot 10^3}{0,01} = 124 \left[\frac{\Omega^{-1}cm}{eq \cdot g} \right]$$

T = 35°C:

$$\lambda_{OH^-} - \lambda_{R^-} = \frac{(0,002680 - 0,001221) \cdot 10^3}{0,01} = 145,9 \left[\frac{\Omega^{-1}cm}{eq \cdot g} \right]$$

T = 45°C:

$$\lambda_{OH^-} - \lambda_{R^-} = \frac{(0,003090 - 0,001472) \cdot 10^3}{0,01} = 161,8 \left[\frac{\Omega^{-1}cm}{eq \cdot g} \right]$$

Temperatura (°C)	k_{NaOH} (S/cm)	k_{EtONa} (S/cm)	$\lambda_{OH^-} - \lambda_{EtO^-} \left[\frac{\Omega^{-1}cm}{eq \cdot g} \right]$
25	0,002260	0,001020	124
35	0,002680	0,001221	145,9
45	0,003090	0,001472	161,8

Taula 5.7 Diferència entre les conductivitats iòniques a diferents temperatures.

6. Gràfics

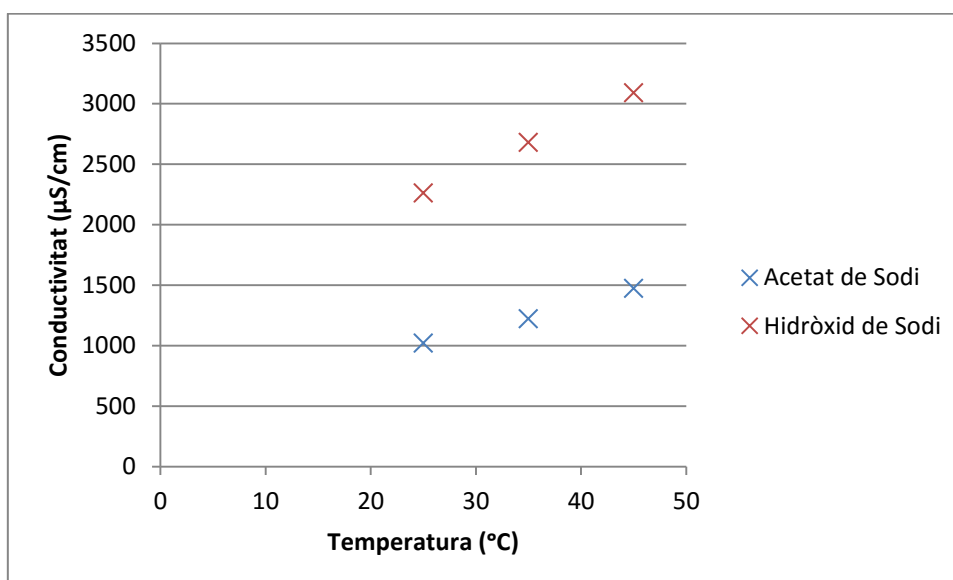


Figura 5.3. Variació de la conductivitat amb la Temperatura.

7. Conclusions

Observant els resultats obtinguts en aquesta experimentació, podem comprovar que l'hidròxid de sodi 0,01 M i l'acetat de sodi 0,01 M, augmenten la seva conductivitat en augmentar la temperatura.

Observem que l'hidròxid de sodi té una conductivitat més elevada que l'acetat de sodi a la mateixa temperatura, tal i com podem veure a la figura 5.3, degut a l'elevada mobilitat dels ions OH^- .

Cal comentar que la conductivitat específica k , depèn del moviment dels ions, i aquest moviment depèn de la temperatura. Per aquest motiu és molt important que les lectures de conductivitat que s'obtinguin siguin a temperatura constant.

5.3. Pràctica 3: Determinació experimental de la conversió del reactor tubular.

1. Objectiu

L'objectiu d'aquesta pràctica és la determinació experimental de la conversió del reactor tubular.

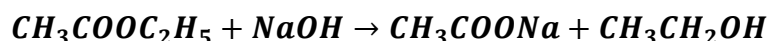
2. Instrumentació

- Equip QRFT, QRUBI i interfase.
- 4 L de dissolució d'hidròxid de sodi 0,01 M
- 4 L de dissolució d'acetat d'etil 0,01 M

NOTA: Les fitxes de seguretat de l'hidròxid de sodi i de l'acetat de sodi, es poden consultar a l'apartat d'annexes que es troba al final del treball.

3. Realització experimental

La reacció que tindrà lloc en aquesta experimentació es la següent reacció de saponificació, degut a que reaccionen un èster (acetat d'etil) i un hidròxid (NaOH):



➤ Preparació dels reactius:

Inicialment, fem els càlculs de les dissolucions dels reactius que necessitem en aquesta pràctica. Com necessitem 4 litres de cada reactiu, els prepararem en un matràs de 2 litres (caldrà fer-ho en dos cops):

- ACETAT D'ETIL 0,01M:

$$2L \text{ Acetat d'etil} \cdot \frac{0,01 \text{ mols Acetat d'etil}}{1 L \text{ Acetat d'etil}} \cdot \frac{88,11 g \text{ Acetat d'etil}}{1 \text{ mol Acetat d'etil}} \cdot \frac{1 cm^3}{0,9 g} \cdot \frac{1 ml}{1 cm^3} \cdot \frac{100}{99} = 1,978 ml \text{ Acetat d'etil} \approx \mathbf{1,98 ml \text{ Acetat d'etil}}$$

- HIDRÒXID DE SODI 0,01M:

$$2L NaOH \cdot \frac{0,01 \text{ mols NaOH}}{1L NaOH} \cdot \frac{40 \text{ g NaOH}}{1 \text{ mol}} \cdot \frac{100}{99} = 0,808 \text{ g NaOH} \approx \mathbf{0,81 \text{ g NaOH}}$$

Seguidament procedim a preparar les dissolucions:

- Pesem els reactius i els col·loquem en un vas de precipitats per fer una dissolució prèvia.
- Tot seguit, introduïm les dissolucions en un matràs aforat de dos litres.
- A continuació, introduïm aigua destil·lada a l'interior fins a la meitat dels matrassos i agitem per tal de dissoldre els reactius correctament.
- Finalment, enrasem els matrassos.

➤ Seguiment de l'experiment

- 1) Introduïm els reactius preparats anteriorment en els dipòsits:
Dipòsit 1: acetat d'etil.
Dipòsit 2: hidròxid de sodi.
- 2) Iniciem el programa SACED-QRFT i la interfase. Premem "START" i donem un nom a l'arxiu.
- 3) Posem la clau de pas de sota els rotàmetres en posició de recirculació (cap a la dreta), i encenem la bomba del dipòsit 1 (AB-1) i la del dipòsit 2 (AB-2). D'aquesta manera, podrem regular els cabals de circulació mitjançant la rodeta.
- 4) Realitzarem l'experiència amb un cabal igual per als dos reactius, serà del 60% en el rotàmetre 1, i del 40% en el rotàmetre 2. Amb aquests percentatges tindrem un cabal de 2,7 l/h per a cada reactiu. Deixem els cabals circular en recirculació uns 10 minuts aproximadament fins que s'estabilitzin.
- 5) Omplim el bany termostàtic amb aigua destil·lada i a la casella del PID 1, posem una temperatura de 25°C, i marquem la casella del PID 1, que posarà en funcionament l'actuador AR-1 i escalfarà l'aigua del bany termostàtic fins a 25°C.

- 6) A continuació encenem l'actuador AR-2, que posarà en funcionament el PID 2 (SetPoint ST-3), que és la temperatura de l'intercanviador de calor. Posem una temperatura de 25°C.
- 7) Una vegada tenim l'aigua del bany termostàtic a la temperatura desitjada, procedim a omplir la camisa del reactor tubular posant en marxa la bomba AB-3. Cal obrir la clau de purga (clau de pas petita de color negre que està a la part superior del reactor) i la clau C1 i tancar la clau C2 fins que s'hagi omplert completament la camisa. Després obrim la clau C2 per tal que l'aigua de l'interior vagi re-circulant al bany termostàtic, i tanquem la clau de purga.
- 8) Col·loquem la clau de pas de productes cap al conductímetre (tub P1), per poder mesurar la conductivitat a la sortida.
- 9) Un cop els cabals s'han estabilitzat, posem la clau de pas de sota dels rotàmetres en direcció al reactor (cap a l'esquerra). Ara estan entrant els reactius al reactor.
- 10) Seleccionem a la pantalla del software "SAVE DATA" i seleccionem un interval de temps de 10 segons.
- 11) Un cop la cèl·lula de conductivitat marca un valor constant, el procés s'ha estabilitzat i ha acabat el nostre experiment.
- 12) Premem el botó "STOP" a la pantalla del software i seguidament premem "QUIT" per sortir del programa.

4. Resultats

Càlcul del cabal total:

$$Q_1 + Q_2 = 2,7 + 2,7 = 5,4 \text{ l/h}$$

Càlcul de la Concentració inicial que entra al reactor (C'_{A0}):

$$C_{A0}' = \frac{Q_A}{Q_A + Q_B} \cdot C_{A0} = \frac{2,7}{2,7 + 2,7} \cdot 0,01 = 0,005 \text{ M}$$

Les fórmules utilitzades per trobar la concentració d'acetat d'etil (C_A) i la conversió (X_A) són les següents:

$$C_A = \frac{(K_{t=0} - K_{t=t}) \cdot 10^3}{\lambda_{OH^-} - \lambda_{R^-}} \text{ (Eq. 14)}$$

$$X_A = \frac{(C_{A0}' - C_A)}{C_{A0}'} \text{ (Eq. 23)}$$

Temps (s)	Conductivitat ($\mu\text{S/cm}$)
1	491,2000
2	492,3699
10	516,0651
20	518,0065
30	519,8239
40	517,4788
50	510,5791

.

.

.

Temps (s)	Conductivitat ($\mu\text{S/cm}$)
1470	439,5919
1480	440,6877
1490	440,3610
1500	439,2324
1510	440,2294
1520	439,0520
1530	440,6638

Taula 5.8. Evolució de la conductivitat durant l'experimentació fins que el procés s'estabilitza.

Com es pot observar a la taula anterior, al principi de l'experimentació augmenta la conductivitat, això és degut a alguna alteració que presenta el reactor tubular. Pot ser degut a l'existència d'algun volum mort dintre del reactor, tal i com es demostrarà a l'apartat 5.6.

Per tal de que els càlculs siguin correctes, seleccionem com a temps 0 a partir dels 30 segons, ja que és el punt màxim de conductivitat.

A continuació es mostra un exemple del càlcul de la concentració i de la conversió en el reactor tubular:

Per a $t = 1500s$:

$$C_A = \frac{(K_{t=0} - K_{t=t}) \cdot 10^3}{\lambda_{OH^-} - \lambda_{R^-}} = \frac{(5,20 \cdot 10^{-4} - 4,39 \cdot 10^{-4}) \cdot 10^3}{124} = 6,50 \cdot 10^{-4} \frac{eq \cdot g}{l}$$

$$X_A = \frac{(C_{A0}' - C_A)}{C_{A0}'} = \frac{0,005 - 6,50 \cdot 10^{-4}}{0,005} = 0,8700$$

Temps (s)	Conductivitat ($\mu S/cm$)	Conductivitat (S/cm)	Ca (eq·g/l)
30	519,8239	5,20E-04	-
40	517,4788	5,17E-04	1,89E-05
50	510,5791	5,11E-04	7,46E-05
60	513,3863	5,13E-04	5,19E-05
70	506,2422	5,06E-04	1,10E-04
80	480,8803	4,81E-04	3,14E-04
90	482,3293	4,82E-04	3,02E-04

Taula 5.9. Variació de la conductivitat i de la concentració a l'inici de l'experimentació.

Temps (s)	Conductivitat ($\mu S/cm$)	Conductivitat (S/cm)	Ca (eq·g/l)	Xa
1470	439,5919	4,40E-04	6,47E-04	0,8705
1480	440,6877	4,41E-04	6,38E-04	0,8723
1490	440,3610	4,40E-04	6,41E-04	0,8718
1500	439,2324	4,39E-04	6,50E-04	0,8700
1510	440,2294	4,40E-04	6,42E-04	0,8716
1520	439,0520	4,39E-04	6,51E-04	0,8697
1530	440,6638	4,41E-04	6,38E-04	0,8723

Taula 5.10. Valors de la conductivitat, concentració i conversió al final de l'experimentació (procés estabilitzat).

Quan observem que la conductivitat s'ha estabilitzat (taula 5.10), fem una mitjana dels valors de la conversió (X_a) per saber quina és la conversió del reactor tubular.

La conversió en el reactor tubular a 25°C i a un cabal total de 5,4 l/h és de 0,87.

5. Gràfics

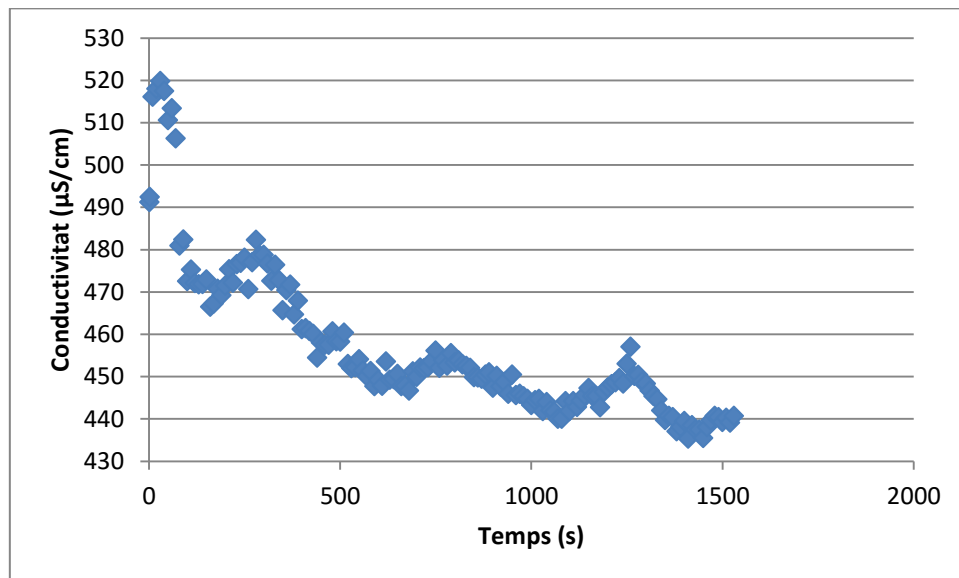


Figura 5.4. Seguiment de la conductivitat durant l'experimentació.

6. Conclusions

Amb la realització d'aquesta pràctica hem pogut calcular de manera experimental la conversió del reactor tubular.

L'experimentació consisteix en seguir com evoluciona la reacció d'acetat d'etil i d'hidròxid de sodi a través de la conversió. L'experiment s'acaba quan la pantalla del conductímetre marqui un valor de conductivitat constant.

Com es pot observar a la figura 5.4, el reactor tubular presenta alteracions, ja que la conductivitat hauria de disminuir al llarg del temps.

S'ha obtingut una conversió del 87% per a una reacció d'acetat d'etil i d'hidròxid de sodi a una temperatura de 25°C i amb un cabal de 5,4 l/h.

5.4. Pràctica 4: Dependència de la constant de velocitat amb la temperatura.

1. Objectius

- Estudiar la dependència de la velocitat i de la conversió amb la temperatura.
- Calcular l'energia d'activació per al reactor tubular a partir de les dades obtingudes a diferents temperatures.
- Expressar l'equació d'Arrhenius.

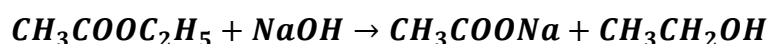
2. Instrumentació

- Equip QRFT, QRUBI i interfase.
- 8 L de dissolució d'hidròxid de sodi 0,01 M
- 8 L de dissolució d'acetat d'etil 0,01 M

NOTA: Les fitxes de seguretat de l'hidròxid de sodi i de l'acetat de d'etil, es poden consultar a l'apartat d'annexes que es troba al final del treball.

3. Realització experimental

La reacció que tindrà lloc en aquesta experimentació es la següent reacció de saponificació, degut a que reaccionen un èster (acetat d'etil) i un hidròxid (NaOH):



➤ Preparació dels reactius:

Inicialment, fem els càlculs de les dissolucions dels reactius que necessitem en aquesta pràctica. Com necessitem 8 litres de cada reactiu, els prepararem en un matràs de 2 litres (caldrà fer-ho en quatre cops):

- ACETAT D'ETIL 0,01M:

$$2L \text{ Acetat d'etil} \cdot \frac{0,01 \text{ mols Acetat d'etil}}{1 L \text{ Acetat d'etil}} \cdot \frac{88,11 g \text{ Acetat d'etil}}{1 \text{ mol Acetat d'etil}} \cdot \frac{1 \text{ cm}^3}{0,9 g} \cdot \frac{1 \text{ ml}}{1 \text{ cm}^3} \cdot \frac{100}{99} = 1,978 \text{ ml Acetat d'etil} \approx \mathbf{1,98 \text{ ml Acetat d'etil}}$$

- HIDRÒXID DE SODI 0,01M:

$$2L \text{ NaOH} \cdot \frac{0,01 \text{ mols NaOH}}{1L \text{ NaOH}} \cdot \frac{40 g \text{ NaOH}}{1 \text{ mol}} \cdot \frac{100}{99} = 0,808 g \text{ NaOH} \approx \mathbf{0,81 g NaOH}$$

Seguidament procedim a preparar les dissolucions:

- Pesem els reactius i els col·loquem cada un a l'interior d'un matràs aforat de dos litre.
- A continuació, introduïm aigua destil·lada a l'interior fins a la meitat dels matrassos i agitem per tal de dissoldre els reactius correctament.
- Finalment, enrasem els matrassos.

➤ **Seguiment de l'experiment**

- 1) Introduïm els reactius preparats anteriorment en els dipòsits:
Dipòsit 1: acetat d'etil.
Dipòsit 2: hidròxid de sodi.
- 2) Iniciem el programa SATED-QRFT i la interfase. Premem "START" i donem un nom a l'arxiu.
- 3) Posem la clau de pas de sota els rotàmetres en posició de recirculació (cap a la dreta), i encenem la bomba del dipòsit 1 (AB-1) i la del dipòsit 2 (AB-2). D'aquesta manera, podrem regular els cabals de circulació mitjançant la rodeta.
- 4) Realitzarem l'experiència amb un cabal igual per als dos reactius, serà del 60% en el rotàmetre 1, i del 40% en el rotàmetre 2. Amb aquests percentatges tindrem un cabal de 2,7 l/h per a cada reactiu. Deixem els cabals circular en recirculació uns 10 minuts aproximadament fins que s'estabilitzin.
- 5) Omplim el bany termostàtic amb aigua destil·lada i a la casella del PID 1, posem una temperatura de 25°C, i marquem la casella del PID 1, que posarà en

funcionament l'actuador AR-1 i escalfarà l'aigua del bany termostàtic fins a 25°C.

- 6) A continuació encenem l'actuador AR-2, que posarà en funcionament el PID 2 (SetPoint ST-3), que és el controlador de temperatura de l'intercanviador de calor. Posem una temperatura de 25°C.
- 7) Una vegada tenim l'aigua del bany termostàtic a la temperatura desitjada, procedim a omplir la camisa del reactor tubular posant en marxa la bomba AB-3. Cal obrir la clau de purga (clau de pas petita de color negre que està a la part superior del reactor) i la clau C1 i tancar la clau C2 fins que s'hagi omplert completament la camisa. Després obrim la clau C2 per tal que l'aigua de l'interior vagi re-circulant al bany termostàtic, i tanquem la clau de purga.
- 8) Col·loquem la clau de pas de productes cap al conductímetre (tub P1), per poder mesurar la conductivitat a la sortida.
- 9) Un cop els cabals s'han estabilitzat, posem la clau de pas de sota dels rotàmetres en direcció al reactor (cap a l'esquerra). Ara estan entrant els reactius al reactor.
- 10) Seleccionem a la pantalla del software "SAVE DATA" i seleccionem un interval de temps de 10 segons.
- 11) Un cop la cèl·lula de conductivitat marca un valor constant, el procés s'ha estabilitzat i ha acabat el nostre experiment.
- 12) Premem el botó "STOP" a la pantalla del software i seguidament premem "QUIT" per sortir del programa.
- 13) Tornem a repetir l'experiment per a les temperatures de 35°C i 45°C.

4. Càlculs i resultats

Càlcul del cabal total:

$$Q_1 + Q_2 = 2,7 + 2,7 = 5,4 \text{ l/h}$$

Càlcul de la Concentració inicial que entra al reactor (C_{A0}'):

$$C_{A0}' = \frac{Q_A}{Q_A + Q_B} \cdot C_{A0} = \frac{2,7}{2,7 + 2,7} \cdot 0,01 = 0,005 \text{ M}$$

Les equacions utilitzades per trobar la concentració d'acetat d'etil (C_A) i la conversió (X_A) són les següents:

$$C_A = \frac{(K_{t=0} - K_{t=t}) \cdot 10^3}{\lambda_{OH^-} - \lambda_{R^-}} \quad (\text{Eq. 14})$$

$$X_A = \frac{(C_{A0} - C_A)}{C_{A0}} \quad (\text{Eq. 23})$$

Les equacions utilitzades per al càlcul de la constant de velocitat k i de l'energia d'activació són les equacions 22, 24 i 25:

$$k = \frac{1}{\tau} \cdot \left[\frac{1}{C_A} - \frac{1}{C_{A0}} \right] \quad (\text{Eq. 22})$$

$$k = A \cdot e^{-E_a/RT} \quad (\text{Eq. 24})$$

$$\ln k = -\frac{E_a}{RT} + \ln A \quad (\text{Eq. 25})$$

Mitjançant el pendent de la recta de regressió resultant de la gràfica que relaciona $\ln k$ vs $1/T$, obtindrem l'energia d'activació.

Quan observem a les dades que la conductivitat s'ha estabilitzat, fem una mitjana dels valors de la conversió (X_A) per saber quina és la conversió del reactor tubular.

T reactor (°C)	T reactor (K)	QNaOH	QAcOEt	Qt (l/h)	Qt(l/s)	τ (s)
25	298	2,7	2,7	5,4	0,0015	273,26
35	308	2,7	2,7	5,4	0,0015	273,26
45	318	2,7	2,7	5,4	0,0015	273,26

Taula 5.11. Representació de les condicions d'operació per a cada temperatura.

1/T	Ca (mol/l)	Xa	k (l/mol·s)	Lnk
0,0033	0,00064	0,87	8,19	2,10
0,0032	0,00032	0,93	14,52	2,68
0,0031	0,00018	0,96	19,60	2,98

Taula 5.12. Representació del temps de residència, la concentració, la conversió i la k per a cada temperatura.

Nota: per realitzar els càlculs de la concentració, s'utilitzen les dades experimentals obtingudes a la pràctica 2 (apartat 5.2) a diferents temperatures.

Com podem observar a les taules, els resultats obtinguts són els següents:

La conversió en el reactor tubular a 25°C i a un cabal total de 5,4 l/h és de 0,87.

La conversió en el reactor tubular a 35°C i a un cabal total de 5,4 l/h és de 0,93.

La conversió en el reactor tubular a 45°C i a un cabal total de 5,4 l/h és de 0,96.

5. Gràfics

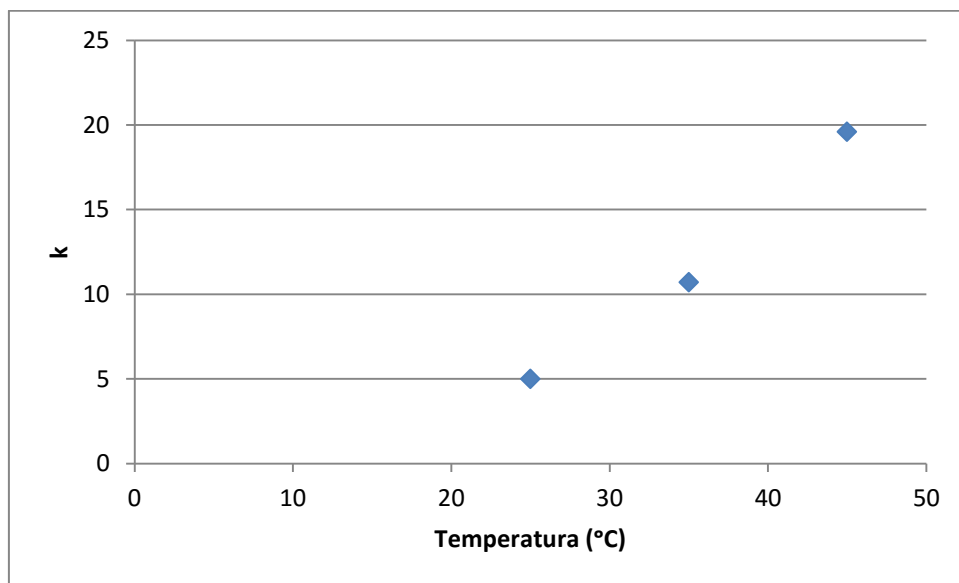


Figura 5.5. Variació de la constant de velocitat (k) amb la Temperatura.

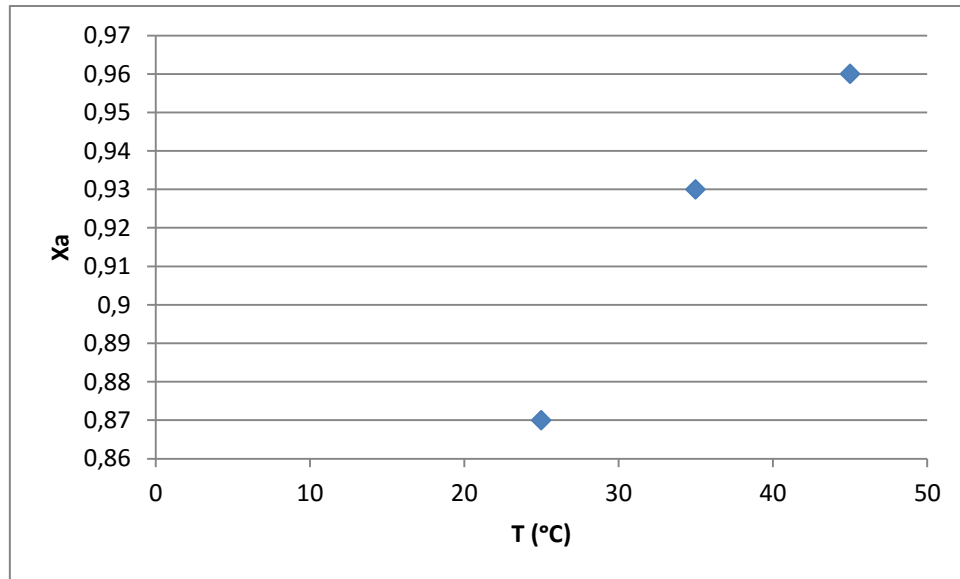


Figura 5.6. Variació de la conversió (X_A) amb la Temperatura.

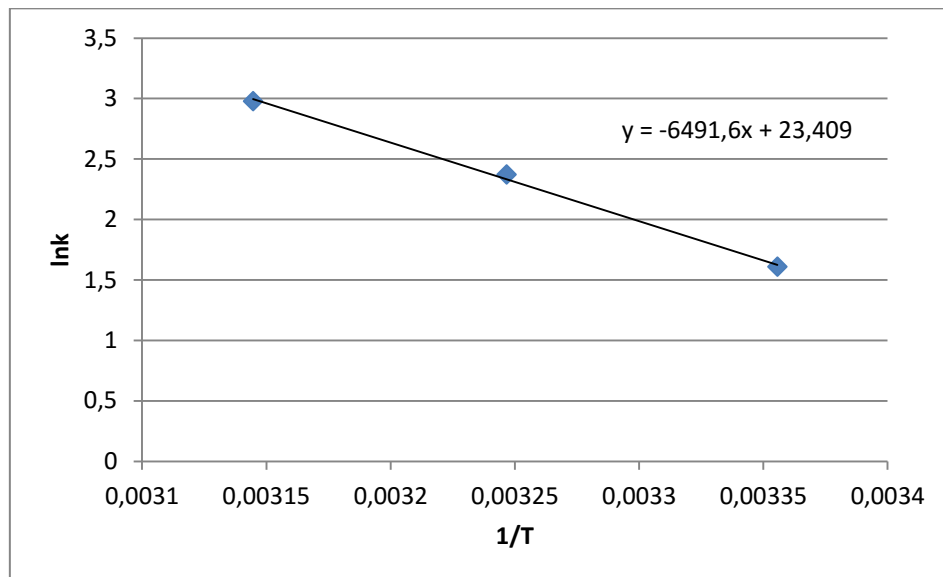


Figura 5.7. Obtenció de la recta de regressió per calcular l'energia d'activació.

A partir del pendent obtingut en la recta de regressió (figura 5.7), podem trobar l'energia d'activació:

$$\ln k = -\frac{E_a}{RT} + \ln A \text{ (Eq. 25)}$$

$$\ln k = -6491,6 \cdot \frac{1}{T} + 23,409$$

$$-6491,6 = -\frac{E_a}{R}$$

Si $R=8,314 \text{ J/mol}\cdot^{\circ}\text{C}$

$$E_a = (-6491,6) \cdot (-8,314) = 53.971,16 \frac{\text{J}}{\text{mol}}$$

Finalment, calculem el valor de A per tal d'expressar l'equació d'Arrhenius:

$$\ln A = 23,409 \rightarrow A = e^{23,409} = 1,46 \cdot 10^{10}$$

Equació d'Arrhenius:

$$k = 1,46 \cdot 10^{10} \cdot e^{-6491,6/T}$$

6. Conclusions

En aquesta pràctica hem pogut observar com varia la constant de velocitat k i la conversió assolida a diferents temperatures (25, 35 i 45°C).

Cal a dir que és una pràctica molt llarga, d'unes 4 hores de duració, ja que per a cada una de les tres temperatures a estudiar s'ha de repetir l'experimentació. Per tal de que l'equip assoleixi la temperatura desitjada cal esperar bastant, ja que s'ha d'escalfar el bany termostàtic, la camisa del reactor i el preescalfador.

En l'experiment a temperatura de 45°C, ha sigut complicat mantenir la temperatura, ja que a mesura que l'augmentem és més difícil que l'equip es mantingui a la temperatura desitjada.

Els resultats obtinguts en l'experimentació són els suposats, ja que a mesura que augmenta la temperatura, s'assoleix una major conversió i la constant de velocitat k també augmenta.

En la següent taula observem com varien la constant de velocitat k i la conversió assolida (X_A) al augmentar la temperatura del reactor tubular:

Temperatura (°C)	Conversió (X_A)	Constant k (l/mol·s)
25	0,87	8,19
35	0,93	14,52
45	0,96	19,60

Taula 5.13. Comparació de la conversió i de la constant k per a cada temperatura.

L'energia d'activació obtinguda en aquesta experimentació ha estat de **34.458,20 J/mol**.

5.5. Experimentacions prèvies per trobar unes condicions òptimes en l'estudi de Distribució del Temps de Residència (DTR).

Per tal de trobar unes condicions adequades per realitzar l'estudi de les distribucions dels temps de residència en el reactor tubular, s'han hagut de realitzar diverses experimentacions en impuls. S'ha observat com varia la resposta a la sortida del reactor depenent del temps que dura la injecció de clorur de potassi (traçador) i del cabal.

S'han realitzat proves realitzant impulsos d'un minut, 5 minuts i 10 minuts pel que fa al temps d'injecció, i a cabals de 2,7 l/h i 3,4 l/h. A continuació es mostren els resultats d'aquestes experimentacions i es justifica perquè s'ha escollit la durada d'un minut d'injecció a un cabal de 3,4 l/h per estudiar la distribució del temps de residència del reactor tubular.

➤ Impuls de 10 minuts a 2,7 l/h:

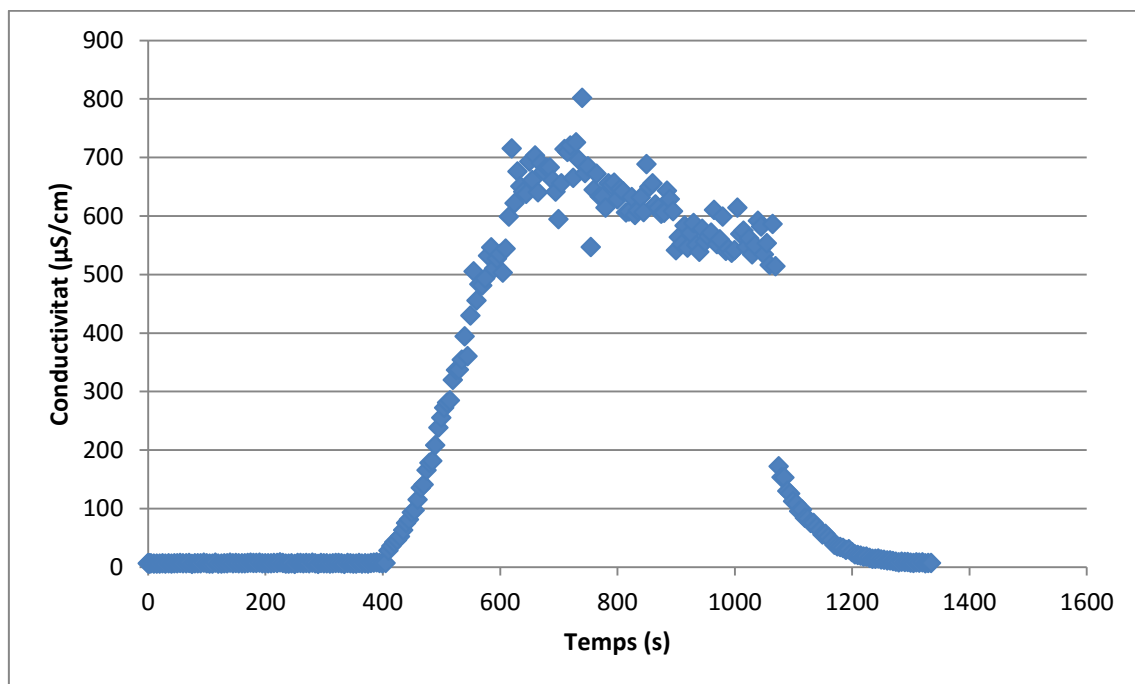


Figura 5.8. Seguiment de la conductivitat per a un impuls de 10 minuts i cabal de 2,7 l/h.

Com es pot observar a la figura 5.8 que relaciona la conductivitat obtinguda a la sortida del reactor al llarg del temps, aquest experiment presenta alteracions de la conductivitat que no corresponen a un experiment en impuls correcte. Quan arriba al punt màxim de conductivitat es comencen a veure punts fora de la normalitat, i la baixada de conductivitat no es gens regular (s'observa un gran salt).

➤ **Impuls de 10 minuts a 3,4 l/h:**

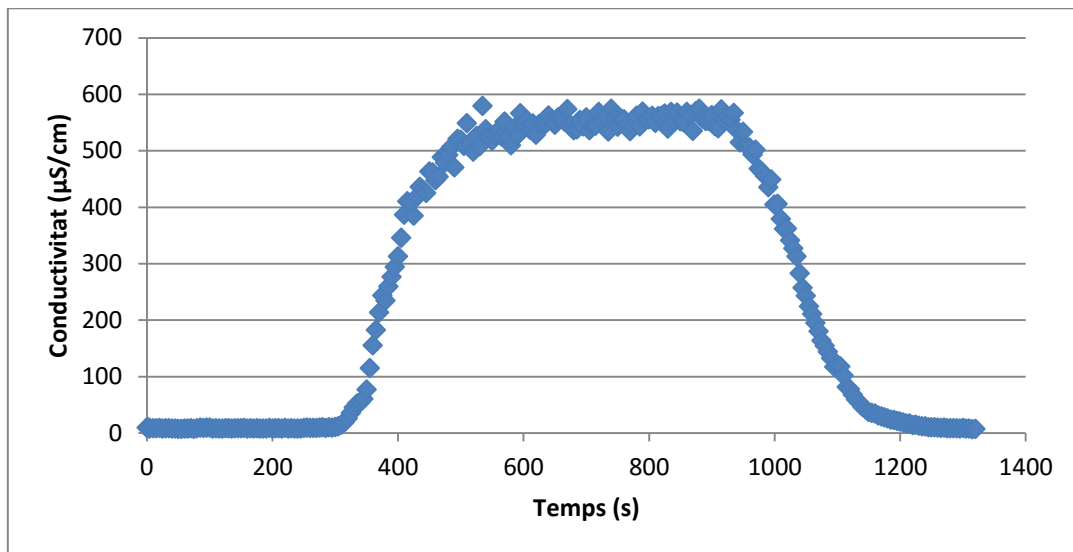


Figura 5.9. Seguiment de la conductivitat per a un impuls de 10 minuts i cabal de 3,4 l/h.

En aquest experiment es pot observar una corba d'impuls bastant lògica, amb només dos punts que surten de la normalitat (entre els segons 400 i 600), però no és una corba adient per a l'estudi de les distribucions del temps de residència del reactor tubular ja que és molt ampla. El temps d'injecció hauria de ser més petit per tal de poder comparar la corba obtinguda en l'experiment amb les corbes teòriques.

➤ **Impuls de 5 minuts a 2,7 l/h:**

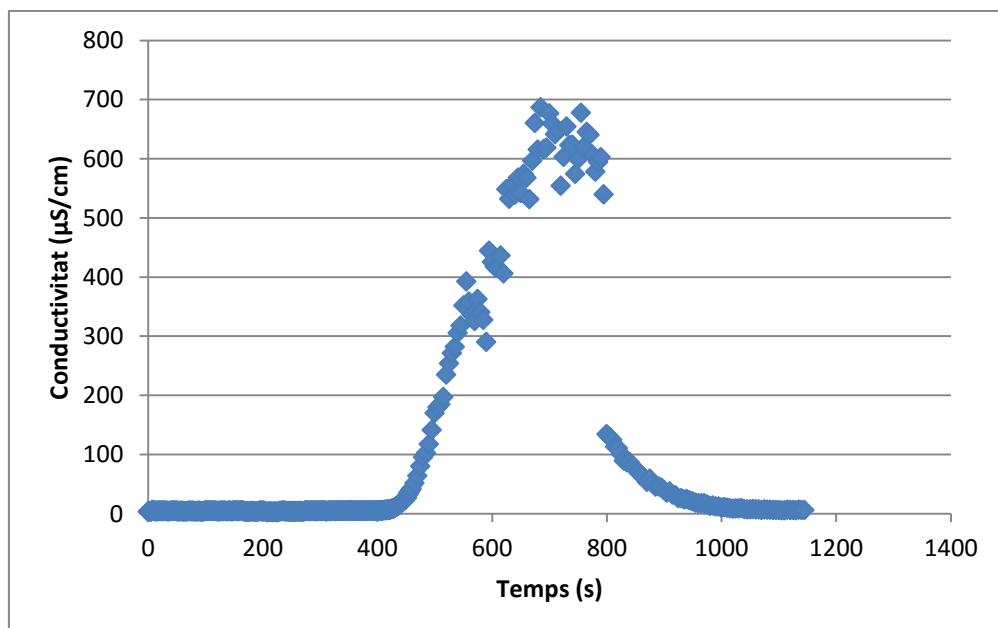


Figura 5.10. Seguiment de la conductivitat per a un impuls de 5 minuts i cabal de 2,7 l/h.

Com es pot observar a la figura 5.10, aquesta experimentació es molt irregular i hi ha molts punts de conductivitat que no segueixen el recorregut lògic d'un experiment en impuls. Hi ha un gran salt quan la corba de conductivitat comença a disminuir ($t=800s$), per tant, aquestes condicions d'impuls no són vàlides per realitzar l'estudi de la distribució del temps de residència del reactor.

➤ **Impuls de 5 minuts a 3,4 l/h:**

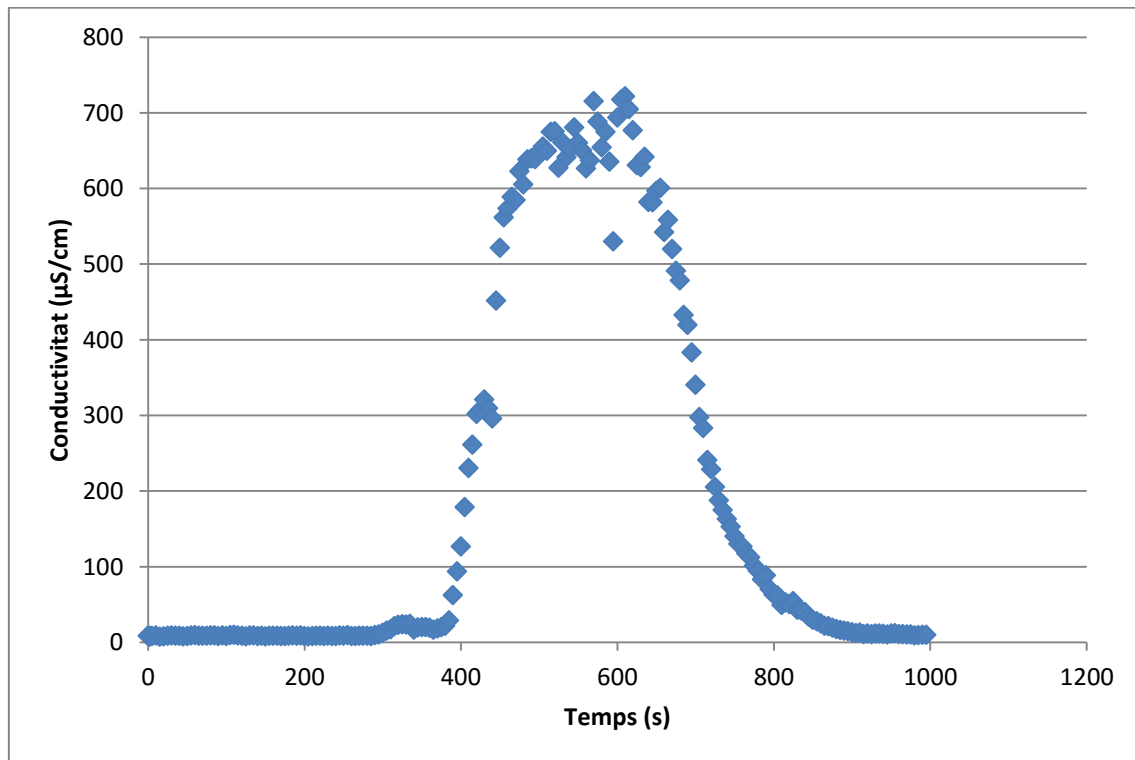


Figura 5.11. Seguiment de la conductivitat per a un impuls de 5 minuts i cabal de 3,4 l/h.

En aquesta experimentació, es pot observar una corba bastant correcta d'un experiment en impuls però hi han alteracions en la conductivitat que fan que no sigui apte per a realitzar l'estudi. Es pot observar com partir de $t=300s$ hi ha un petit augment de conductivitat que després disminueix, i just abans de $t=400s$ torna a pujar la conductivitat. Això no representa una cobra d'experiment en impuls correcte ja que la conductivitat ha d'anar augmentant des de que la sonda llegeix el primer valor de traçador.

➤ **Impuls d'un minut a 3,4 l/h:**

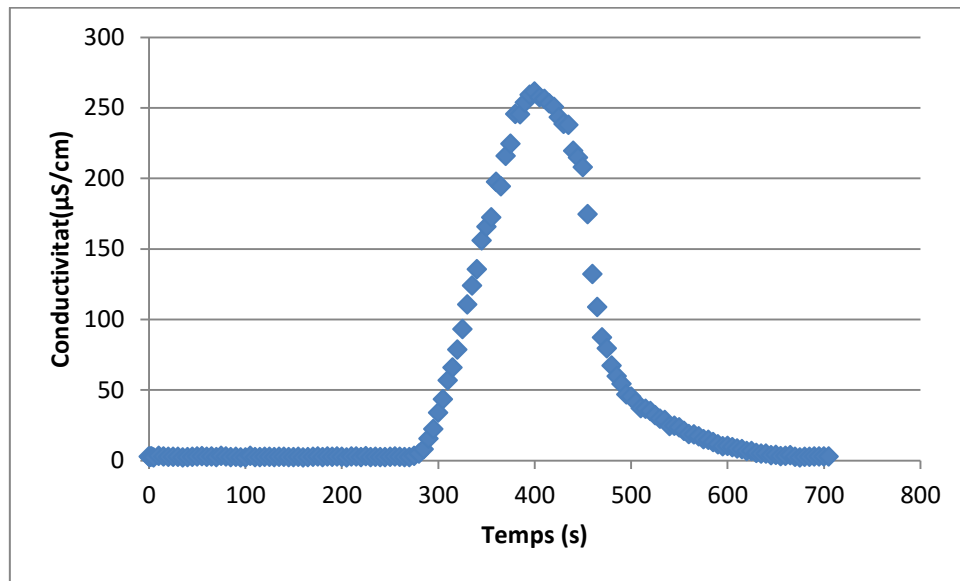


Figura 5.12. Seguiment de la conductivitat per a un impuls d'un minut i cabal de 3,4 l/h.

En aquesta experimentació si que s'observa una corba adient per a realitzar l'estudi de la distribució del temps de residència del reactor tubular, ja que no hi ha punts de conductivitat irregulars i la corba obtinguda segueix una representació lògica d'una entrada en impuls. Tal i com es podrà veure a l'apartat 5.6, aquesta corba obtinguda es podrà comparar amb les corbes de comportament teòriques de flux pistó d'un reactor tubular i trobar quina alteració presenta el reactor.

D'altra banda, també s'han realitzat experiments de tipus esgrao, però per tal d'estudiar les distribucions dels temps de residència del reactor tubular és millor estudiar-les mitjançant els experiments d'impuls degut a que s'aprecia més clarament el temps que passa el traçador en el reactor tubular. A continuació es mostren les corbes obtingudes de realitzar experiments de tipus esgrao a diferents cabals:

➤ **Esgrao a 2,7 l/h:**

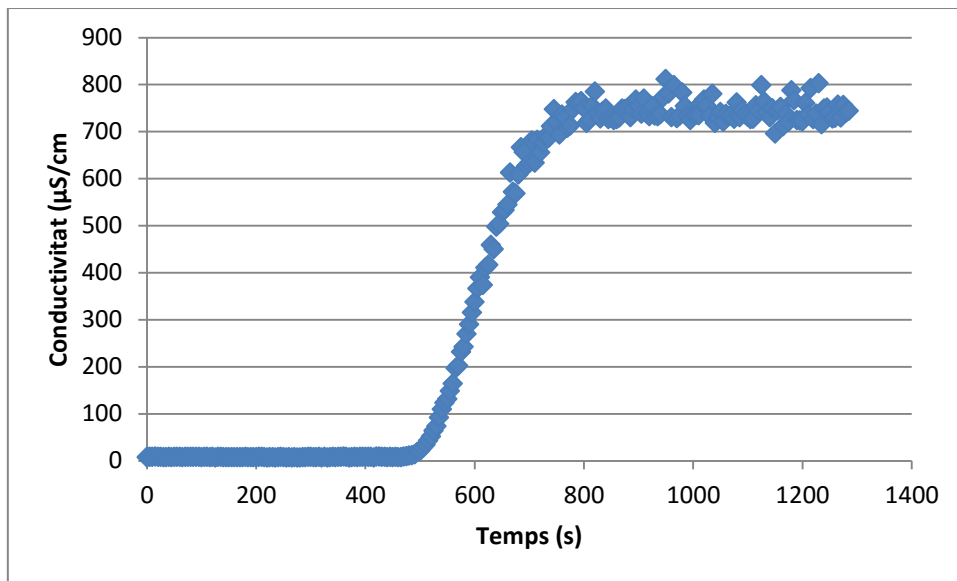


Figura 5.13. Seguiment de la conductivitat per a un experiment en esgrao amb cabal de 2,7 l/h.

➤ **Esgrao a 3,4 l/h:**

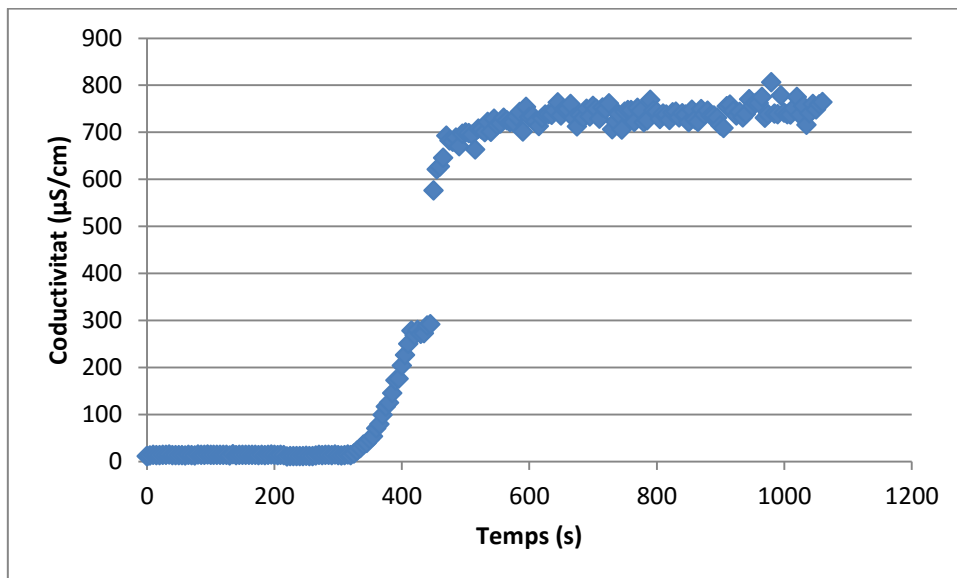


Figura 5.14. Seguiment de la conductivitat per a un experiment en esgrao amb cabal de 3,4 l/h.

Comparant els dos experiments en esgrao, s'observa que a un cabal de 2,7 l/h la corba obtinguda és més regular que a un cabal de 3,4 l/h, ja que en el de 3,4 l/h hi ha un gran salt de conductivitat. D'altra banda, es pot veure com a un cabal de 2,7 l/h, la conductivitat tarda més en augmentar que amb un cabal de 3,4 l/h ja que l'entrada en el reactor de traçador (clorur de potassi) és més lenta.

5.6. Pràctica 5: Determinació experimental de la distribució del temps de residència: Experiment d'impuls.

1. Objectius

- Estudiar el comportament del reactor tubular a través de la distribució dels temps de residència.
- Valorar quines alteracions presenta el reactor tubular a través de la resposta obtinguda en l'experimentació.
- Determinar a quin nombre de tancs agitats ideals en sèrie equival el comportament del reactor tubular.

2. Instrumentació

- Planta pilot reactor tubular
- Software SACED
- 1 L dissolució 0,01 M de KCl
- 2 L Aigua destil·lada

3. Realització experimental

Per a la realització d'aquest experiment, caldrà calibrar els rotàmetres amb clorur de potassi (rotàmetre 1) i amb aigua destil·lada (rotàmetre 2), per tal de trobar cabals similars entre els dos rotàmetres i poder dur a terme l'experiment.

Hem seguit els passos de la pràctica 1, i hem calibrat de nou els rotàmetres de l'equip per al clorur de potassi i per l'aigua destil·lada, i els resultats han estat els següents:

➤ Rotàmetre 1 (clorur de potassi)

Escala percentual (%)	Volum (mL) en 6 minuts		Cabal (l/h)
	Assaig 1	Assaig 2	
20	85	85	0,85
40	185	185	1,85
50	240	240	2,40
60	270	270	2,70
80	340	340	3,40
100	420	420	3,20

Taula 5.14. Cabals experimentals del rotàmetre 1 per al KCl.

➤ Rotàmetre 2 (Aigua destil·lada)

Escala percentual (%)	Volum (mL)		Cabal (l/h)
	Assaig 1	Assaig 2	
40	290	290	2,90
45	340	340	3,40
50	390	390	3,90
60	435	435	4,35
80	600	600	6,00
100	700	700	7,00

Taula 5.15. Cabals experimentals del rotàmetre 2 per l'aigua destil·lada.

➤ Recta de calibratge:

Primer de tot, caldrà realitzar una recta de calibratge amb diferents concentracions de KCl per tal de poder convertir les conductivitats mesurades en el conductímetre de l'equip a concentracions.

Obtenció de la recta de calibratge:

Concentració (M)	0	0,0002	0,0004	0,0006
Conductivitat (μS/cm)	1,66	45,24	88,21	130,35

Taula 5.16. Taula per realitzar la recta de calibratge.

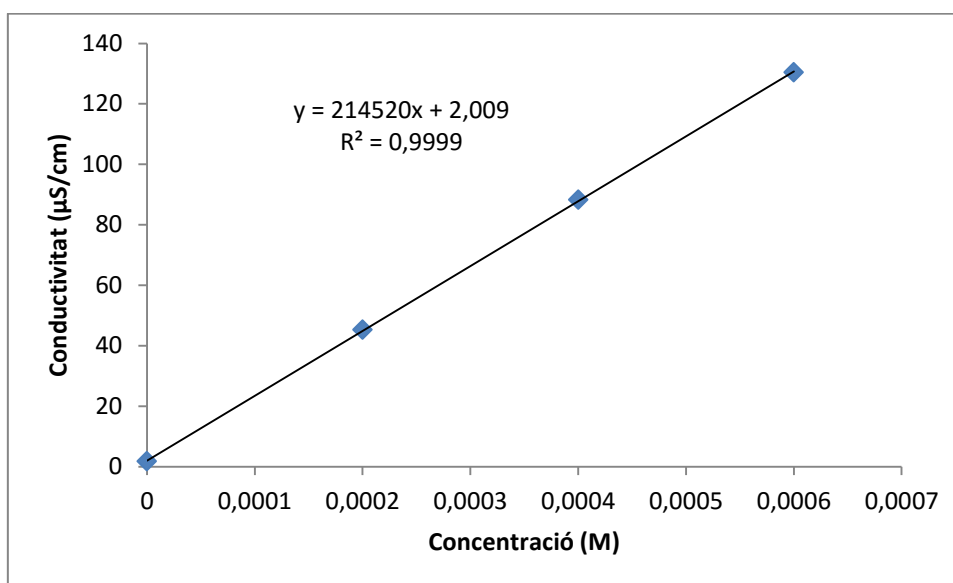


Figura 5.15. Recta de calibratge del KCl.

Com podem observar a l'equació de la gràfica anterior, hem obtingut una recta de calibratge de $R^2=0,9999$, per tant, és una recta de calibratge correcta per a la realització dels càlculs posteriors.

➤ **Preparació dels reactius:**

Inicialment, fem el càlcul de la dissolució de KCl 0,01 M que necessitem per dur a terme l'experimentació:

$$1L\ KCl \cdot \frac{0,01\ mols\ KCl}{1L\ KCl} \cdot \frac{74,56g\ KCl}{1\ mol\ KCl} \cdot \frac{100}{99,5} = 0,75g\ KCl$$

➤ **Seguiment de l'experiment:**

- 1) Introduïm la dissolució preparada de KCl al dipòsit 1 i omplim el dipòsit 2 amb 2 litres d'aigua destil·lada.
- 2) Engueguem el programa SAGED, premem "START" i li donem un nom per gravar l'arxiu.
- 3) Accionem la bomba 2 (AB-2) per omplir el reactor d'aigua destil·lada i marquem un cabal del 45% (3,4 l/h).
- 4) Posem la vàlvula de tres vies de sota el rotàmetre 1 en posició de recirculació (cap a la dreta), engueguem la bomba 1 (AB-1) i en el rotàmetre marquem un cabal del 80% (3,4 l/h). Esperem uns 5-10 minuts fins que s'estabilitzi el cabal.
- 5) Un cop el conductímetre marca un valor aproximadament constant i baix (aigua destil·lada), vol dir que ja s'ha omplert el reactor. A continuació posem la vàlvula de tres vies del rotàmetre 1 en posició cap al reactor (cap a l'esquerra) i la vàlvula de tres vies del rotàmetre 2 en posició de recirculació (cap a la dreta). Al mateix temps premem el botó de la pantalla "SAVE DATA", i li donem un interval de 5 segons.
- 6) Injectarem KCl durant un temps d'un minut (60 segons). Un cop s'ha complert aquest temps, parem la bomba 1 (AB-1) i posem la vàlvula de tres vies del rotàmetre 2 en posició cap al reactor (cap a l'esquerra), assegurant-nos que el cabal segueix al 45% de l'escala percentual (3,4 l/h).
- 7) L'experiment acabarà quan el conductímetre marqui un valor aproximadament constant i baix (aigua destil·lada).
- 8) Parem la bomba 2 (AB-2) i premem el botó "STOP" a la pantalla.

4. Càlculs

➤ Realització de corbes

Primer de tot, cal realitzar el càlcul d'una sèrie de corbes que ens permetran avaluar el comportament del reactor tubular. A continuació es calcularan aquestes corbes i s'analitzarà posteriorment el comportament del reactor.

La resposta obtinguda a la sortida del reactor ha estat la següent:

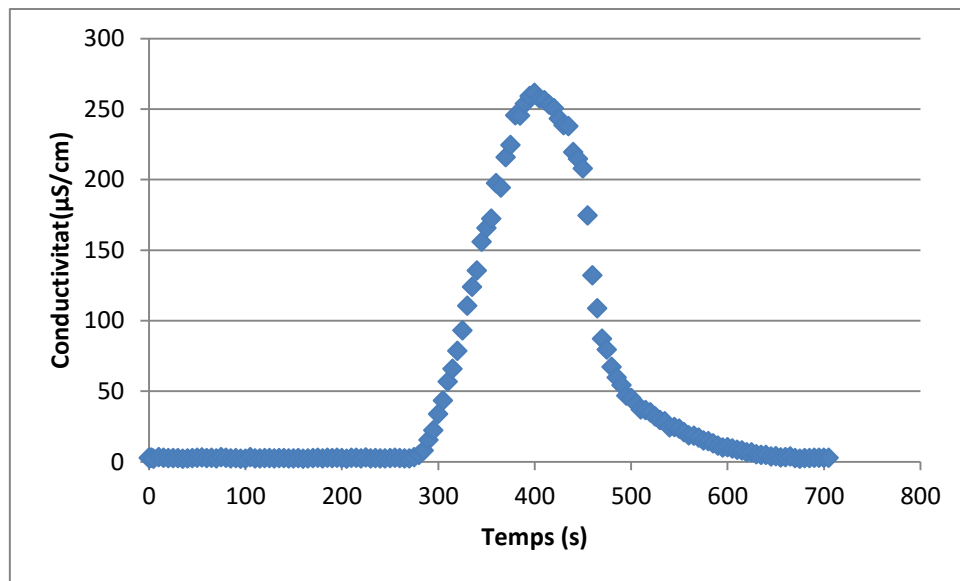


Figura 5.16. Variació de la conductivitat en l'experiment en impuls.

En la gràfica anterior podem observar la conductivitat mesurada per l'equip a la sortida del reactor.

Mitjançant l'equació de la recta de calibratge de KCl obtinguda, podem passar la conductivitat a concentració:

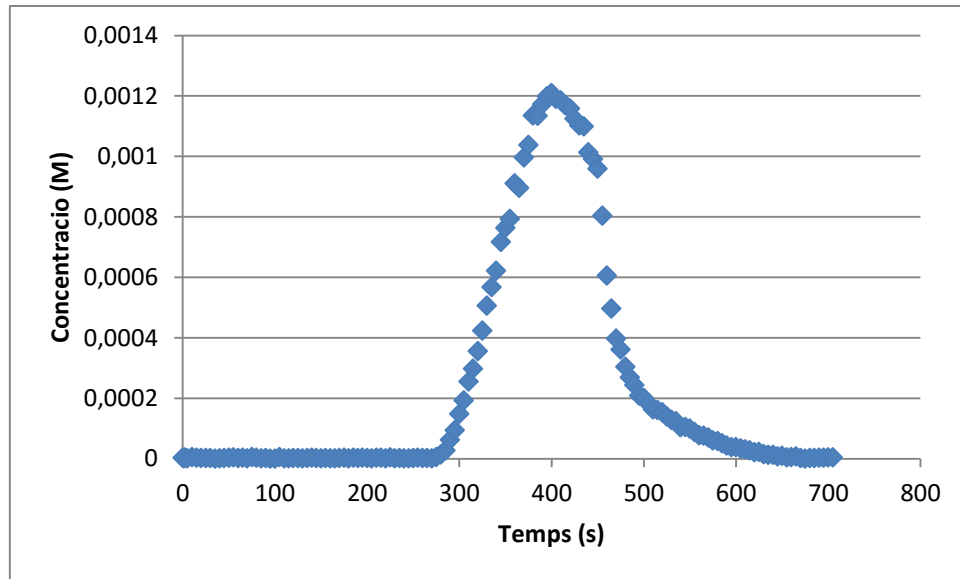


Figura 5.17. Variació de la concentració en l'experiment en impuls.

Un cop tenim la concentració mesurada a la sortida del reactor, passem a realitzar la corba $E(t)$. A continuació mostrem totes les dades i càlculs necessaris per a poder graficar la corba $E(t)$:

$$\text{Caball (q)} = 3,4 \frac{\text{l}}{\text{h}} = 9,44 \cdot 10^{-4} \frac{\text{l}}{\text{s}}$$

$$\text{Volum del reactor (V)} = 0,4099 \text{ L}$$

Mols de KCl que s'introdueixen instantàniament en el reactor (**M**)

$$M = 0,01 \frac{\text{mols KCl}}{\text{l}} \cdot 1 \text{ min} \cdot 9,44 \cdot 10^{-4} \frac{\text{l}}{\text{s}} = 5,66 \cdot 10^{-4} \text{ mols KCl}$$

Per tant, tenim les següents dades:

$$q = 9,44 \cdot 10^{-4} \frac{\text{l}}{\text{s}}$$

$$V = 0,4099 \text{ L}$$

$$M = 5,66 \cdot 10^{-4} \text{ mols de KCl}$$

Calculem el temps de residència mitjà (\bar{t}) a partir de l'equació 27 (Eq. 27):

$$\bar{t} = \frac{V}{q} = \frac{0,4099 \text{ l}}{9,44 \cdot 10^{-4} \text{ l/s}} = 434,011 \text{ s}$$

A continuació calculem la corba $E(t)$ a través de l'equació 28 (Eq. 28) per a cada concentració mesurada al llarg del temps i construïm la gràfica $E(t)$ en funció del temps:

$$E(t) = \frac{q \text{ (l/s)}}{M \text{ (mol)}} \cdot C \text{ (mol/l)}$$

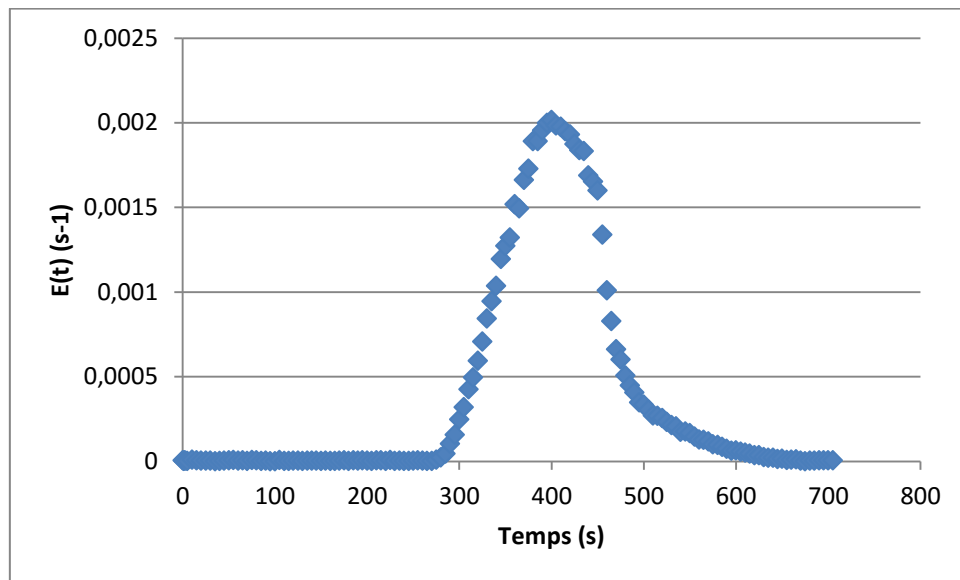


Figura 5.18. Corba $E(t)$ respecte el temps de l'experiment en impuls.

El següent pas és calcular i graficar les corbes en funció d'una escala de temps adimensionals a partir de les equacions 29 i 30:

$$\Theta = \frac{t}{\bar{t}} = \frac{t \cdot q}{V} \quad (\text{Eq. 29})$$

$$E_{\Theta} = \bar{t} \cdot E_t = \frac{V}{q} \cdot E_t = \frac{V}{M} \cdot C(t) \quad (\text{Eq. 30})$$

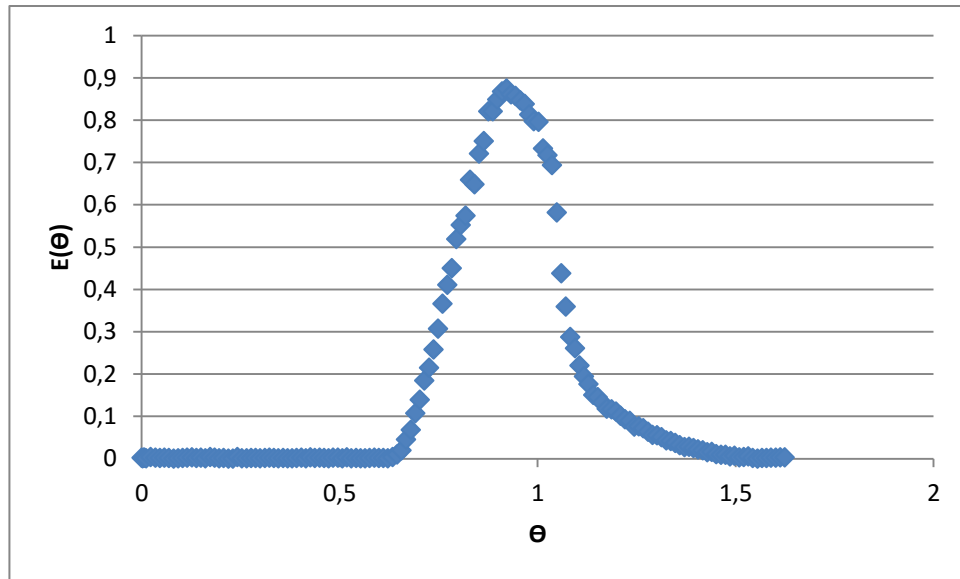
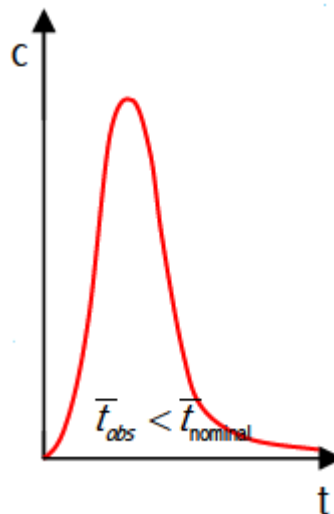


Figura 5.19. Funció adimensional de l'experiment en impuls.

➤ **Interpretació física de les funcions de distribució:**

En l'apartat 3.3 tenim una sèrie de respostes teòriques de les quals es poden deduir les alteracions que presenta un reactor tubular al realitzar un experiment en impuls.

Si observem la resposta obtinguda de concentracions a la sortida del nostre experiment, i comparem amb els tipus de sortida que hi ha a l'apartat 3.3, observem que es tracta d'una corba esvelta, però primerenca, és a dir amb el temps mig observat inferior al nominal (temps mitjà de residència) (figura 3.6):



Per tant, l'alteració del nostre reactor tubular és d'un **flux pistó amb un volum mort**.

➤ **Model de tancs en sèrie:**

Tal i com està explicat a l'apartat 3.4, podem simular que dintre del nostre reactor hi ha una sèrie de tancs agitat iguals i ideals col·locats en sèrie, per tal de seleccionar a quin número de tancs correspon el comportament del reactor.

Partim d'un paràmetre $N=30$, és a dir, que a partir de les equacions 29, 36 i 37 i sabent que el temps de residència mitjà del reactor és de 434,011 segons obtindrem una gràfica del comportament del reactor per a diferents valors del paràmetre N :

$$\Theta = \frac{t}{\bar{t}} \quad (\text{Eq. 29})$$

$$E(t) = \frac{1}{\bar{t}} \left(\frac{t}{\bar{t}} \right)^{N-1} \frac{N^N}{(N-1)!} \exp\left(-\frac{N \cdot t}{\bar{t}}\right) \quad (\text{Eq. 36})$$

$$E(\Theta) = \bar{t} \cdot E(t) = \frac{N(N \cdot \Theta)^{N-1}}{(N-1)!} \exp(-N \cdot \Theta) \quad (\text{Eq. 37})$$

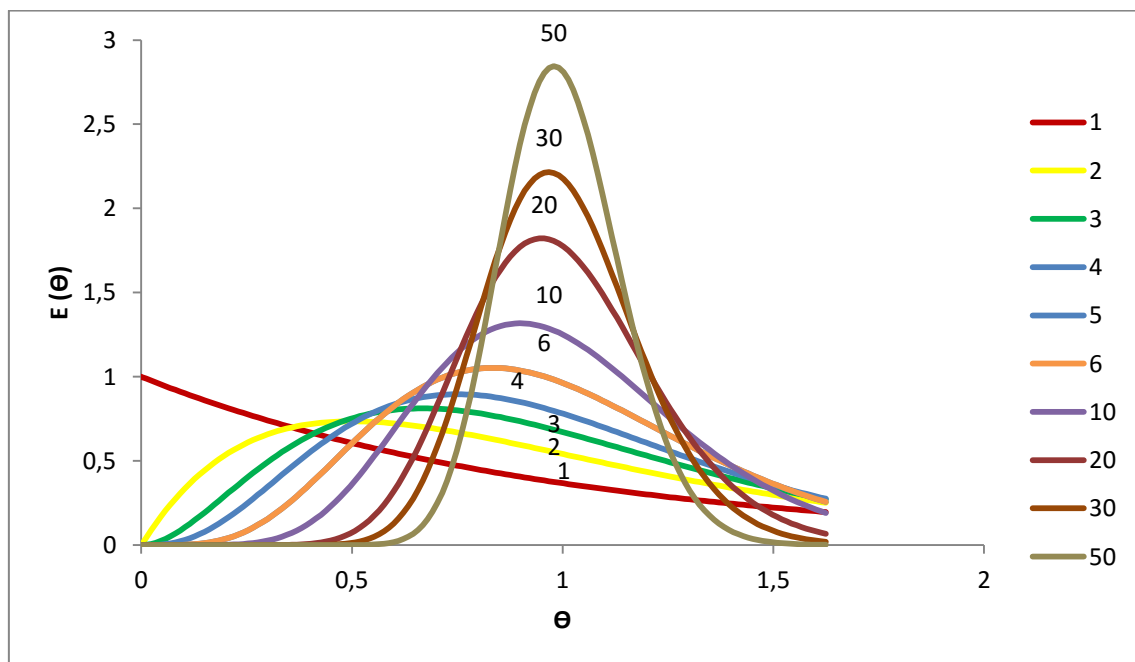


Figura 5.20. Representació de la funció $E(\Theta)$ teòrica per a diferents valors de N .

A continuació grafiquem la nostra corba $E(\Theta)$ experimental sobre el gràfic amb els diversos valors de N per observar quin d'ells reproduceix millor la situació experimental:

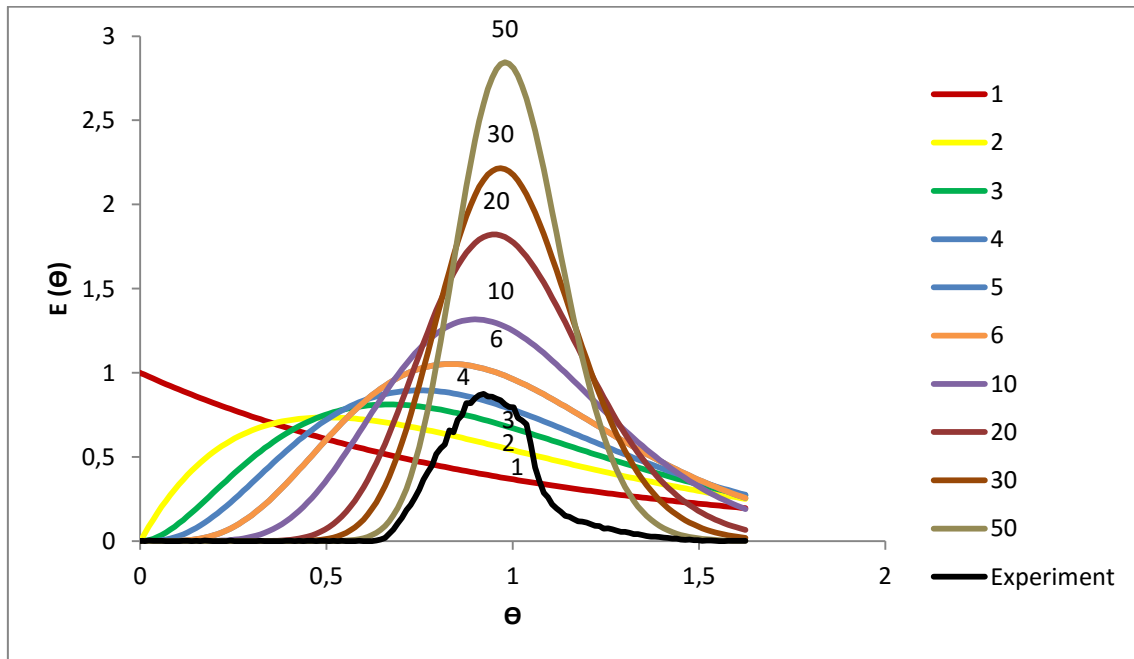


Figura 5.21. Representació de la funció $E(\Theta)$ experimental comparada amb la funció $E(\Theta)$ teòrica per a diferents valors de N .

Podem observar que el comportament de la corba experimental que més s'assimila a la corba experimental és $N=4$.

A partir de l'equació 38 (Eq. 38) i coneixent $E(\Theta)_{max}$, és pot calcular de manera empírica el paràmetre N :

$$E(\Theta)_{max} = \frac{N}{\sqrt{2 \cdot \pi \cdot (N - 1)}} \quad (Eq. 38)$$

Si en el nostre experiment $E(\Theta)_{max} = 0,87$:

$$0,87 = \frac{N}{\sqrt{2 \cdot \pi \cdot (N - 1)}} \rightarrow N = 3,32 \approx 4$$

Per tant, podem estimar que el reactor tubular treballa com si tingués 4 tancs agitats iguals i ideals en sèrie.

5. Conclusions i comentaris

En aquesta pràctica hem pogut estudiar el comportament del reactor tubular a través de la distribució dels temps de residència.

Per tal d'obtenir un bon experiment (una corba que ens permeti fer un estudi correcte), s'han hagut de realitzar diversos experiments (apartat 5.5) variant el temps d'injecció de clorur de potassi i el cabal. Finalment, hem observat que la corba més adient té lloc quan injectem 1 minut de KCl a un cabal de 3,4 l/h.

Hem realitzat la corba de calibratge per tal de convertir les conductivitats mesurades en el conductímetre a concentracions. Després, s'han realitzat totes les corbes pertinents per a portar a terme l'estudi.

En quant a la interpretació física de les funcions de distribució, la corba obtinguda en l'experimentació presenta una resposta que si la comparem amb les corbes teòriques, s'observa que el reactor tubular es comporta com un flux pistó amb un volum mort.

Per últim s'ha realitzat una simulació de tancs agitats en sèrie, per tal d'estudiar a quants tancs equival el comportament del reactor. Per portar a terme l'estudi del paràmetre N (nº de tancs agitats en sèrie), es compara la corba de la funció adimensional obtinguda en l'experimentació amb les corbes teòriques per a diferents valors de N . Fent aquesta comparació hem arribat a la conclusió de que el reactor tubular treballa com si tingués 4 tancs agitats i iguals en sèrie.

6. CONCLUSIONS

Per dur a terme la posta a punt de l'equip s'han realitzat diferents proves per aprendre a manipular l'equip i saber com utilitzar els diferents controladors. L'apartat 4 del treball està dedicat íntegrament a la realització d'aquest manual, on s'explica àmpliament com fer ús de l'equip.

La posta a punt ha implicat que apareguessin diferents problemes que s'han hagut de resoldre. Entre d'altres, s'ha realitzat un muntatge alternatiu de la sonda de conductivitat, ja que es va descobrir que el disseny de la cel·la on estava ubicada no era l'adient. Es va solucionar tal i com es mostra a l'apartat 4.2.2.

A l'hora de realitzar el calibratge dels rotàmetres, s'ha observat que l'evolució dels cabals amb l'escala percentual no segueix un comportament lineal degut a la inestabilitat dels rotàmetres, ja que és molt difícil mantenir els cabals estables.

El reactor tubular és un reactor que funciona de forma continua i que en principi hauria de tenir un comportament ideal. Tot i així, en aquest treball es demostra que el comportament del reactor presenta diferents alteracions i no és ideal. Com es pot observar a la figura 5.4, el reactor tubular presenta alteracions, ja que la conductivitat hauria de disminuir a mesura que avança la reacció i es poden veure diversos valors allunyats de la normalitat.

S'ha realitzat un experiment de tipus impuls i s'ha comprovat quina alteració presenta el comportament del reactor tubular a partir de la resposta a la sortida de concentració (apartat 5.6). S'observa clarament el tipus d'alteració que té lloc al reactor al comparar la resposta obtinguda amb la resposta teòrica d'un reactor que presenta un volum mort. També s'ha realitzat una simulació de tancs en sèrie, i la corba teòrica que més s'adapta a la corba experimental obtinguda es de 4 tancs agitats ideals i iguals en sèrie.

Tal i com s'ha comentat a la introducció, una de les utilitats d'aquest treball ha estat la realització d'uns guions de pràctiques per tal de que els alumnes del grau en Enginyeria Química puguin fer ús de la planta pilot del reactor tubular. Aquests guions de pràctiques es troben als annexos.

Per últim, cal destacar una sèrie d'observacions sobre l'equip:

- L'accessibilitat a l'hora d'introduir els reactius en els dipòsits o de buidar-los resulta complicada degut al disseny de l'equip. A l'hora d'omplir-los, es necessita un embut adient.
- El bany termostàtic també té un difícil accés a l'hora d'omplir-lo.
- La lectura de la conductivitat de l'equip té un límit, i cal tenir-ho en compte a l'hora de realitzar les experimentacions, ja que segons quina sigui la concentració escollida, és possible que doni error.
- El software utilitzat per al control de l'equip és de fàcil manipulació i ha estat senzill aprendre el seu funcionament i comprendre les dades obtingudes.
- El manual d'EDIBON que ens proporciona l'equip té una difícil comprensió en quant al muntatge i funcionament de l'equip. Per aquest motiu ha estat important realitzar un manual on està explicat pas a pas el funcionament de l'equip.
- De cara a treballs futurs, seria interessant trobar un disseny adient per a la cel·la de conductivitat (placa P1), per tal de que el conductímetre es pugui utilitzar sense fer ús del muntatge alternatiu.

7. REFERÈNCIES

Llibres:

- Edibon International. *Equipamiento didáctico técnico: QRFT*, 2009.
- Fogler, H. Scott. *Elementos de ingeniería de las reacciones químicas*. 3a ed. México: Pearson Educación, 2001.
- Levenspiel, Octave. *El omnilibro de los reactores químicos*. Barcelona: Reverté, 1986.
- Levenspiel, Octave. *Ingeniería de las reacciones químicas*. 3a ed. México: Wiley, 2004.
- Schmidt, Lanny D. *The Engineering of Chemical Reactions*. New York: Oxford University Press, 1998.

Pàgines web:

- Cunill, F.; Iborra, M.; Tejero, J. *Reactores químicos* [en línia]. Barcelona: Universitat de Barcelona, 2010. [Consulta: 20 febrer 2016]. Disponible a:
<http://diposit.ub.edu/dspace/bitstream/2445/12703/1/APUNTS%20DE%20REACTORS%20QU%C3%8DMICS.pdf>
- Física con ordenador. *Análisis de Reactores no ideales* [en línia]. SC.EHU, 2004. [Consulta: 19 abril 2016]. Disponible a:
<http://www.sc.ehu.es/iawfemaf/archivos/materia/00016i.htm>
- Gonzalez, Jose Antonio. *Tipos de reactores* [en línia]. Slideplayer, 2014. [Consulta: 19 abril 2016]. Disponible a:
<http://slideplayer.es/slide/140335/>
- Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo. *Fichas Internacionales de Seguridad Química* [en línia]. Madrid, 2010. [Consulta: 20 juny 2016]. Disponible a:
<http://www.insht.es/portal/site/Insht/>
- Wikipedia. S.f. *Tanque agitador* [en línia]. [Consulta: 19 gener 2016]. Disponible a: http://www.wikipedia.org/wiki/Tanque_agitador

8. ANNEXOS

ANNEX 1: GUIONS DE PRÀCTIQUES

PRÀCTICA 1

CALIBRATGE DELS ROTÀMETRES

INTRODUCCIÓ

Els rotàmetres són instruments utilitzats per mesurar cabals, tant de líquids com de gasos que treballen amb una diferència de pressió constant. Es basen en la mesura del desplaçament vertical d'un "element sensible", el qual la seva posició d'equilibri depèn del cabal circulat que condueix simultàniament, a un canvi en l'àrea de l'orifici de passatge del fluid, de tal manera que la diferència de pressions que actuen sobre l'element mòbil roman pràcticament constant.

La força equilibrant en aquest tipus de mesuradors la constitueix la força de la gravetat que actua sobre l'element sensible construït generalment de forma cilíndrica amb un disc a l'extrem, i proveït d'orificis laterals per on circula fluid que indueixen una rotació al voltant del seu eix.

El rotàmetre en la seva forma més simple consta d'un tub de vidre de baixa conicitat, on en el seu interior es troba l'element sensible al cabal que circula per el tub, al qual se'l denomina "flotador". Sota l'acció del corrent de líquid o gas el flotador es desplaça verticalment, i indica sobre una escala graduada directament el cabal circulat, o una altura que serveix com a dada d'entrada per determinar el cabal en una corba de calibratge que s'ha d'obtenir experimentalment.

A la següent imatge podem observar els dos rotàmetres a estudiar en aquesta pràctica:



Aquests rotàmetres per mesurar el cabal de líquids estan graduats en una escala percentual. Els rotàmetres tenen una rodeta a la part de sota que permet regular manualment el cabal. És important tenir en compte que cada rotàmetre està dissenyat per a la mesura d'un reactiu en concret, que en aquest cas són acetat d'etil per al rotàmetre 1 i hidròxid de sodi per al rotàmetre 2. Degut a les diferents característiques dels reactius (densitat, viscositat, concentració, etc...) aquests rotàmetres són específics per a la mesura dels reactius anomenats anteriorment. En el cas de que sigui necessari la utilització de qualsevol altre reactiu, caldrà tornar a calibrar els rotàmetres.

Per tal de calcular el cabal que circula pels rotàmetres, s'utilitzarà la següent equació:

$$\frac{V \text{ (mL)} \cdot \frac{1L}{10^3 \text{ mL}}}{t \text{ (min)} \cdot \frac{1h}{60 \text{ min}}} = \frac{V \text{ (mL)} \cdot 60}{t \text{ (min)} \cdot 10^3} = \frac{V \text{ (mL)}}{t \text{ (min)}} \cdot 6 \cdot 10^{-2} \left[\frac{L}{h} \right]$$

On:

- V = Volum (mL) mesurat en un temps determinat "t".
- t = temps de mesura del cabal (minuts)

Segons el manual d'utilització de l'equip, el rotàmetre 1 té un rang de 0,7 – 7 l/h i el rotàmetre 2 de 0,54 – 5,4 l/h. En aquesta pràctica comprovarem si aquestes especificacions es compleixen.

A sota dels dos rotàmetres, hi ha una vàlvula de tres vies que funciona de la següent manera per ambdós rotàmetres:

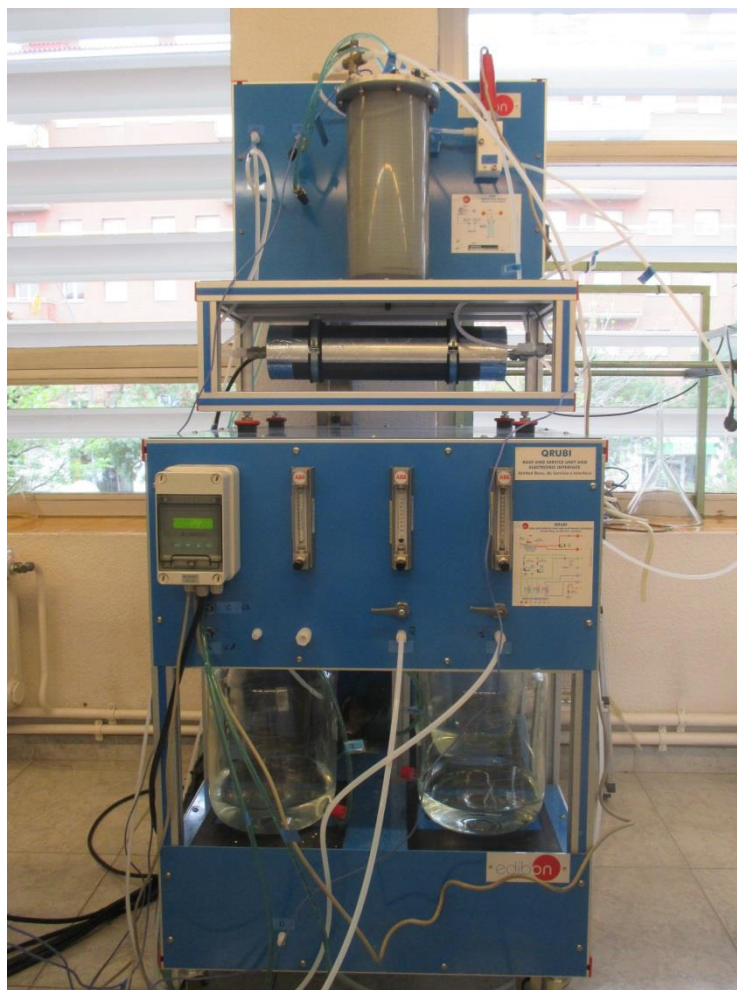
- Vàlvula cap a l'esquerra: Els reactius circularan cap al reactor.
- Vàlvula cap a munt (90°): No hi ha circulació de reactius.
- Vàlvula cap a la dreta: Els reactius tornen al dipòsit de productes (recirculació).

La posició de re-circulació ens permet establir els cabals, ja que al començament els rotàmetres són bastant inestables. El temps d'estabilització de cabals és d'uns 5 -7 minuts aproximadament.

Els reactius arriben als rotàmetres mitjançant dues bombes peristàltiques (una per a cada dipòsit):



A continuació es mostra una imatge de la planta pilot del reactor tubular:



DURACIÓ APROXIMADA: 3 hores.

OBJECTIUS

- Realitzar el calibratge dels dos rotàmetres de mesura de líquids dels que disposa la planta pilot del reactor tubular.
- Elaborar una taula comparativa dels dos rotàmetres per trobar cabals similars.

REACTIUS

Es necessiten els reactius següents:

- Acetat de sodi 0,01 M.
- Hidròxid de sodi 0,01 M.

MATERIAL DE LABORATORI

Per realitzar aquesta pràctica, es necessita el material següent:

- Planta pilot del reactor.
- Interface de l'equip i PC amb el software SACED.
- 3 provetes de 100, 500 i 1000 mL de capacitat respectivament.
- Cronòmetre.
- Balança.
- 1 pipeta de 10 mL.
- Vas de precipitats de 250 mL.
- 1 Espàtula.
- 2 matrassos aforats d'1 L.
- 2 embuts.

PROCEDIMENT**➤ Preparació dels reactius**

Es preparen 1 L d'acetat d'etil 0,01 M i 1 L d'hidròxid de sodi 0,01 M en els matrassos aforats.

A continuació, introduir en el dipòsit de reactiu 1 la dissolució de d'acetat d'etil i en el dipòsit de reactiu 2 la dissolució d'hidròxid de sodi.

➤ Mesura de cabals

Procedirem a mesurar els cabals que passen pels rotàmetres seguint els següents passos:

Per al rotàmetre 1 (Acetat d'Etil):

1. Posar en marxa l'ordinador i la interfase de control.
2. Obrir el software a l'ordinador (programa "SACED") i seleccionar el mòdul QRFT.
3. Posar la rodeta de la bomba peristàltica 1 (situada en el mòdul base sota el bany termostàtic) en la posició del 100%.
4. Desconnectar el tub "R1" que connecta el mòdul base amb el mòdul del reactor.
5. Posar en posició de recirculació la vàlvula del rotàmetre 1 (vàlvula cap a la dreta).
6. Avaluar els rotàmetres al 10%, 40%, 50, 60%, 70%, 80%, 90% i 100% de la seva escala percentual.
7. Posar en marxa la bomba 1 del reactiu 1 (acetat d'etil) mitjançant el programa SACED a l'ordinador: Seleccionem a la dreta de la pantalla "AB-1" (ara s'està re-circulant el reactiu 1).
8. Moure manualment la rodeta negra de la part inferior del rotàmetre i intentar estabilitzar-ho al 10%. Esperar uns 5 o 7 minuts fins que el cabal s'hagi estabilitzat al 10%.
9. Un cop s'ha estabilitzat el cabal, col·locar la sortida del tub "R1" a la proveta de 100 mL.
10. Girar la vàlvula de tres vies cap a l'esquerra, engegar el cronòmetre i mesurar durant 6 minuts el cabal del rotàmetre 1 al 10% de la seva escala percentual. Cal vigilar que el cabal es mantingui estable durant els 6 minuts.
11. Un cop han passat els 6 minuts, tornar a girar la vàlvula de tres vies en posició de recirculació (cap a la dreta), anotar el volum que marca la proveta i abocar -amb l'ajuda d'un embut- l'acetat d'etil de la proveta cap al dipòsit del reactiu 1.
12. Repetir l'experiment una vegada més, i si fa falta, una tercera vegada.
13. Repetir l'experiment en el rotàmetre 1 al 40%, 50, 60%, 70%, 80%, 90% i 100% de la seva escala percentual.

Per al rotàmetre 2 (Hidròxid de Sodi):

1. Posar en marxa l'ordinador i la interfase de control.
2. Obrir el software a l'ordinador (programa "SACED") i seleccionar el mòdul QRFT.
3. Posar la rodeta de la bomba peristàltica 2 (situada en el mòdul base sota el bany termostàtic) en la posició del 100%.
4. Desconnectar el tub "R2" que connecta el mòdul base amb el mòdul del reactor.
5. Posar en posició de recirculació la vàlvula del rotàmetre 2 (vàlvula cap a la dreta).
6. Avaluar els rotàmetres al 10%, 40%, 50%, 60%, 70% i 100% de la seva escala percentual.
7. Posar en marxa la bomba 2 del reactiu 2 (hidròxid de sodi) mitjançant el programa SACED a l'ordinador: Seleccionar a la dreta de la pantalla "AB-2" (ara s'està re-circulant el reactiu 2).
8. Moure manualment la rodeta negra de la part inferior del rotàmetre i intentar estabilitzar-ho al 10%. Esperar uns 5 o 7 minuts fins que el cabal s'hagi estabilitzat al 10%.
9. Un cop s'ha estabilitzat el cabal, col·locar la sortida del tub "R2" a la proveta de 100 mL.
10. Girar la vàlvula de tres vies cap a l'esquerra, engegar el cronòmetre i mesurar durant 6 minuts el cabal del rotàmetre 2 al 10% de la seva escala percentual. Cal vigilar que el cabal es mantingui estable durant els 6 minuts.
11. Un cop han passat els 6 minuts, tornar a girar la vàlvula de tres vies en posició de recirculació (cap a la dreta), anotar el volum que ens marca la proveta i abocar -amb l'ajuda d'un embut- l'hidròxid de sodi de la proveta cap al dipòsit del reactiu 2.
12. Repetir l'experiment una vegada més, i si fa falta, una tercera vegada.
13. Repetir l'experiment en el rotàmetre 2 al 40%, 50 %, 60%, 70% i 100% de la seva escala percentual.

Relació d'utilització de les provetes adequades per a cada escala percentual:

Rotàmetre 1:

Escala percentual (%)	10	40 - 50	60 -100
Provetes (mL)	100	250	500

Rotàmetre 2:

Escala percentual (%)	10	40 - 60	70 - 100
Proveta (mL)	100	500	1000

RESULTATS➤ **Rotàmetre 1 (acetat d'etil)**

Escala percentual (%)	Volum (mL) en 6 minuts		Cabal (l/h)
	Assaig 1	Assaig 2	
10			
40			
50			
60			
70			
80			
90			
100			

➤ **Rotàmetre 2 (hidròxid de sodi)**

Escala percentual (%)	Volum (mL) en 6 minuts		Cabal (l/h)
	Assaig 1	Assaig 2	
10			
40			
50			
60			
70			
100			

Realitzar una gràfica amb les evolucions dels cabals dels dos rotàmetres a mesura que s'augmenten les escales percentuals i comprobar si segueix un creixement lineal.

PRÀCTICA 2

DETERMINACIÓ EXPERIMENTAL DE LA CONVERSIÓ DEL REACTOR TUBULAR

INTRODUCCIÓ

L'objectiu d'aquesta pràctica és la determinació experimental de la conversió del reactor tubular a partir d'una reacció d'hidròxid de sodi i d'acetat d'etil. Per fer-ho, disposem d'una planta pilot que ens permetrà dur a terme l'experimentació. Per a poder calcular la conversió del reactor, prèviament serà necessari calcular les conductivitats iòniques de l'acetat de sodi i de l'hidròxid de sodi a diferents temperatures.

➤ Càlcul de les conductivitats iòniques

Per calcular les conductivitats iòniques serà necessari utilitzar la següent equació:

$$\lambda_{OH^-} - \lambda_{EtO^-} = \frac{(k_{NaOH} - k_{EtONa}) \cdot 10^3}{C_0} \left[\frac{\Omega^{-1}cm}{eq \cdot g} \right]$$

On:

- λ_{OH^-} = Conductivitat iònica de l'espècie OH^- $\left(\frac{\Omega^{-1}cm^{-2}}{eq \cdot g} \right)$.
- λ_{EtO^-} = Conductivitat iònica de l'espècie R^- $\left(\frac{\Omega^{-1}cm^{-2}}{eq \cdot g} \right)$.
- k_{NaOH} = Conductivitat mesurada de la dissolució de NaOH (S/cm).
- k_{EtONa} = Conductivitat mesurada de la dissolució de EtONa (S/cm).
- C_0 = Concentració inicial (mol/litre).

➤ Determinació de la conversió del reactor

Per trobar el càlcul del cabal total que entra al reactor, caldrà sumar el cabal del reactiu 1 (acetat d'etil) i el cabal del reactiu 2 (hidròxid de sodi):

$$Q_{total} = Q_1 + Q_2$$

Per realitzar el càlcul de la concentració inicial que entra al reactor utilitzarem la següent equació:

$$C_{A0}' = \frac{Q_1}{Q_1 + Q_2} \cdot C_{A0}$$

On:

- C_{A0}' = Concentració inicial que entra al reactor (mol/l).
- Q_1 = Cabal del reactiu 1 (l/h).
- Q_2 = Cabal del reactiu 2 (l/h).
- C_{A0} = Concentració inicial de la dissolució (mol/l).

Les equacions que s'utilitzaran per calcular la conversió i la concentració al llarg del temps en el reactor són:

$$C_A = \frac{(K_{t=0} - K_{t=t}) \cdot 10^3}{\lambda_{OH^-} - \lambda_{EtO^-}}$$

On:

- C_A = Concentració de sortida del reactor fins arribar a estat estacionari (mol/l)
- $K_{t=0}$ = Conductivitat a temps 0 (S/cm).
- $K_{t=t}$ = Conductivitat a temps t (S/cm).
- λ_{OH^-} = Conductivitat iònica de l'espècie OH^- $\left(\frac{\Omega^{-1}cm^{-2}}{eq \cdot g}\right)$.
- λ_{EtO^-} = Conductivitat iònica de l'espècie EtO^- $\left(\frac{\Omega^{-1}cm^{-2}}{eq \cdot g}\right)$.

$$X_A = \frac{(C_{A0}' - C_A)}{C_{A0}'}$$

On:

- X_A = Conversió al llarg del temps.
- C_{A0}' = Concentració inicial que entra al reactor (mol/l).
- C_A = Concentració al llarg del temps (mol/l).

L'experimentació s'acaba quan el conductímetre marca un valor constant.

DURACIÓ APROXIMADA: 1,5 hores.

REACTIUS

Es necessiten els reactius següents:

- Acetat de sodi 0,01 M.
- Acetat de d'etil 0,01 M.
- Hidròxid de sodi 0,01 M.

MATERIAL DE LABORATORI

- Bec de bunsen
- 2 Vasos de precipitats
- Trespeus
- Reixeta
- 2 Matrassos aforats
- Balança
- Espàtula
- Termòmetre

Per realitzar aquesta pràctica, es disposa de l'equip següent:

- Planta pilot del reactor:



➤ Interfase de l'equip:



PROCEDIMENT**➤ Determinació de les conductivitats iòniques**

- 1) Preparar les dissolucions: Acetat de sodi 0,01M i hidròxid de sodi 0,01M.
- 2) Iniciar el programa SAVED-QRFT i la interfase.
- 3) Introduir part de la dissolució d'acetat de sodi en un vas de precipitats.
- 4) Engegar el bec de bunsen i col·locar el trespeus i la reixeta.
- 5) Escalfar la dissolució fins a 25°C (amb l'ajuda del termòmetre s'observa la temperatura) i es mesura la conductivitat mitjançant la sonda de conductivitat de l'equip. Anotar la mesura de la conductivitat.
- 6) Escalfar la dissolució fins a 35°C i tornar a mesurar i anotar la conductivitat.
- 7) Escalfar la dissolució fins a 45°C i tornar a mesurar i anotar la conductivitat.
- 8) Repetir tot el procés experimental amb la dissolució d'hidròxid de sodi.

➤ Determinació experimental de la conversió del reactor tubular

- 1) Preparar 4 L d'acetat d'etil 0,01 M i 4 L d'hidròxid de sodi 0,01 M.
- 2) Introduir els reactius preparats anteriorment en els dipòsits:
Dipòsit 1: Acetat d'Etil.
Dipòsit 2: Hidròxid de Sodi.
- 3) Iniciar el programa SAVED-QRFT i la interfase. Prémer "START" i donar un nom a l'arxiu.
- 4) Posar la clau de pas de sota els rotàmetres en posició de recirculació (cap a la dreta), i engegar la bomba del dipòsit 1 (AB-1) i la del dipòsit 2 (AB-2). D'aquesta manera, es podrà regular els cabals de circulació mitjançant la rodeta.
- 5) Realitzar l'experiència amb un cabal igual per als dos reactius, serà del 60% en el rotàmetre 1, i del 40% en el rotàmetre 2. Amb aquests percentatges es tindrà un cabal

de 2,7 l/h per a cada reactiu. Deixar els cabals en recirculació uns 10 minuts aproximadament fins que s'estabilitzin.

- 6) Omplir el bany termostàtic amb aigua destil·lada i a la casella del PID 1, posar una temperatura de 25°C, i marcar la casella del PID 1, que posarà en funcionament l'actuador AR-1 i escalfarà l'aigua del bany termostàtic fins a 25°C.
- 7) Quan l'aigua del bany termostàtic està a la temperatura desitjada, procedir a omplir la camisa del reactor tubular posant en marxa la bomba AB-3. Cal obrir la clau de purga (clau de pas petita de color negre que està a la part superior del reactor) i la clau C1 i tancar la clau C2 fins que s'hagi omplert completament la camisa. Després obrir la clau C2 per tal que l'aigua de l'interior vagi re-circulant al bany termostàtic, i tancar la clau de purga.
- 8) Col·locar la clau de pas de productes cap al conductímetre (tub P1), per poder mesurar la conductivitat a la sortida.
- 9) Un cop els cabals s'han estabilitzat, posar la clau de pas de sota dels rotàmetres en direcció al reactor (cap a l'esquerra). Ara estan entrant els reactius al reactor.
- 10) Seleccionar a la pantalla del software "SAVE DATA" i marcar un interval de temps de 10 segons.
- 11) Un cop la cèl·lula de conductivitat marca un valor constant, el procés s'ha estabilitzat i ha acabat l'experiment.
- 12) Prémer el botó "STOP" a la pantalla del software i seguidament prémer "QUIT" per sortir del programa.
- 13) Finalment, desendollar el cable R1 de la part de darrere del mòdul de reactor per tal de buidar el tub del reactor.

RESULTATS**➤ Determinació de les conductivitats iòniques**

1. Prendre les dades experimentals de k_{NaOH} i k_{EtONa} i calcular la diferència de conductivitats iòniques ($\lambda_{OH^-} - \lambda_{EtO^-}$) per a cada temperatura:

Temperatura (°C)	k_{NaOH} (S/cm)	k_{EtONa} (S/cm)	$\lambda_{OH^-} - \lambda_{EtO^-} \left(\frac{\Omega^{-1}cm^{-2}}{eq \cdot g} \right)$
25			
35			
45			

2. Comentar les dades experimentals i calculades obtingudes.
3. Representar gràficament l'evolució de la conductivitat amb la temperatura per l'acetat de sodi i l'hidròxid de sodi.

➤ Determinació experimental de la conversió del reactor tubular

1. Calcular la concentració i la conversió quan el procés s'ha estabilitzat a partir de les dades obtingudes.
2. Comentar les dades experimentals i calculades obtingudes.
3. Representar gràficament l'evolució de la concentració al llarg del temps.

PRÀCTICA 3

DEPENDÈNCIA DE LA CONSTANT DE VELOCITAT AMB LA TEMPERATURA

INTRODUCCIÓ

L'objectiu d'aquesta pràctica és observar com influeix un paràmetre com la temperatura en la conversió i en la constant de velocitat k . També es calcularà l'energia d'activació i s'expressarà l'equació d'Arrhenius.

➤ Càlcul de les conductivitats iòniques

Per calcular les conductivitats iòniques serà necessari utilitzar la següent equació:

$$\lambda_{OH^-} - \lambda_{EtO^-} = \frac{(k_{NaOH} - k_{EtONa}) \cdot 10^3}{C_0} \left[\frac{\Omega^{-1} cm}{eq \cdot g} \right]$$

On:

- λ_{OH^-} = Conductivitat iònica de l'espècie OH^- $\left(\frac{\Omega^{-1} cm^{-2}}{eq \cdot g} \right)$.
- λ_{EtO^-} = Conductivitat iònica de l'espècie R^- $\left(\frac{\Omega^{-1} cm^{-2}}{eq \cdot g} \right)$.
- k_{NaOH} = Conductivitat mesurada de la dissolució de NaOH (S/cm).
- k_{EtONa} = Conductivitat mesurada de la dissolució de EtONa (S/cm).
- C_0 = Concentració inicial (mol/litre).

➤ Determinació de la conversió del reactor

Per trobar el càlcul del cabal total que entra al reactor, caldrà sumar el cabal del reactiu 1 (acetat d'etil) i el cabal del reactiu 2 (hidròxid de sodi):

$$Q_{total} = Q1 + Q2$$

Per realitzar el càlcul de la concentració inicial que entra al reactor utilitzarem la següent equació:

$$C_{A0}' = \frac{Q_1}{Q_1 + Q_2} \cdot C_{A0}$$

On:

- C_{A0}' = Concentració inicial que entra al reactor (mol/l).
- Q_1 = Cabal del reactiu 1 (l/h).
- Q_2 = Cabal del reactiu 2 (l/h).
- C_{A0} = Concentració inicial de la dissolució (mol/l).

Les equacions que s'utilitzaran per calcular la conversió i la concentració al llarg del temps en el reactor són:

$$C_A = \frac{(K_{t=0} - K_{t=t}) \cdot 10^3}{\lambda_{OH^-} - \lambda_{EtO^-}}$$

On:

- C_A = Concentració de sortida del reactor fins arribar a estat estacionari (mol/l)
- $K_{t=0}$ = Conductivitat a temps 0 (S/cm).
- $K_{t=t}$ = Conductivitat a temps t (S/cm).
- λ_{OH^-} = Conductivitat iònica de l'espècie OH^- $\left(\frac{\Omega^{-1}cm^{-2}}{eq \cdot g}\right)$.
- λ_{EtO^-} = Conductivitat iònica de l'espècie EtO^- $\left(\frac{\Omega^{-1}cm^{-2}}{eq \cdot g}\right)$.

$$X_A = \frac{(C_{A0}' - C_A)}{C_{A0}'}$$

On:

- X_A = Conversió al llarg del temps.
- C_{A0}' = Concentració inicial que entra al reactor (mol/l).
- C_A = Concentració de sortida del reactor fins arribar a estat estacionari (mol/l).

Quan observem a les dades que la conductivitat s'ha estabilitzat, fem una mitjana dels valors de la conversió (X_A) per saber quina és la conversió del reactor tubular.

➤ **Determinació de la constant de velocitat k i obtenció de l'equació d'Arrhenius**

Per calcular el temps de residència del reactor (τ), s'utilitzarà la següent equació:

$$\tau = \frac{V (L)}{Q (L/s)}$$

On:

- V = Volum del reactor (0,4099 Litres).
- Q = Cabal total que entra al reactor.

Les equacions utilitzades per al càlcul de la constant de velocitat k i de l'energia d'activació són les següents:

$$k = \frac{1}{\tau} \cdot \left[\frac{1}{C_A} - \frac{1}{C_{A0}'} \right]$$

On:

- k = Constant de velocitat (L/mols·s)
- τ = Temps de residència del reactor
- C_{A0}' = Concentració inicial que entra al reactor (mol/l).
- C_A = Concentració de sortida del reactor fins arribar a estat estacionari (mol/l).

$$k = A \cdot e^{-E_a/RT} \text{ (Eq. d'Arrhenius)}$$

Si aïllem:

$$\ln k = -\frac{E_a}{RT} + \ln A$$

On:

- k = Constant de velocitat (L/mols·s)
- E_a = Energia d'activació d'Arrhenius
- A = Factor preexponencial d'Arrhenius.

- T = Temperatura (K)
- R = constant dels gasos: 8,314 J/mol·K ; 1,989 cal/mol·K

Mitjançant el pendent de la recta de regressió resultant de la gràfica que relaciona $\ln k$ vs $1/T$, obtindrem l'energia d'activació.

DURACIÓ APROXIMADA: 4 hores.

OBJECTIUS

- Estudiar la dependència de la velocitat i de la conversió amb la temperatura.
- Calcular l'energia d'activació per al reactor tubular a partir de les dades obtingudes a diferents temperatures.
- Expressar l'equació d'Arrhenius.

REACTIUS

Es necessiten els reactius següents:

- Acetat de sodi 0,01 M.
- Acetat de d'etil 0,01 M.
- Hidròxid de sodi 0,01 M.

MATERIAL DE LABORATORI

- Bec de bunsen
- 2 Vasos de precipitats
- Trespeus
- Reixeta
- 2 Matrassos aforats
- Balança
- Espàtula
- Termòmetre

Per realitzar aquesta pràctica, es disposa de l'equip següent:

- Planta pilot del reactor:



- Interfase de l'equip:



PROCEDIMENT**➤ Determinació de les conductivitats iòniques**

- 1) Preparar les dissolucions: Acetat de sodi 0,01M i hidròxid de sodi 0,01M.
- 2) Iniciar el programa SACED-QRFT i la interfase.
- 3) Introduir part de la dissolució d'acetat de sodi en un vas de precipitats.
- 4) Engegar el bec de bunsen i col·locar el trespeus i la reixeta.
- 5) Escalfar la dissolució fins a 25°C (amb l'ajuda del termòmetre s'observa la temperatura) i es mesura la conductivitat mitjançant la sonda de conductivitat de l'equip. Anotar la mesura de la conductivitat.
- 6) Escalfar la dissolució fins a 35°C i tornar a mesurar i anotar la conductivitat.
- 7) Escalfar la dissolució fins a 45°C i tornar a mesurar i anotar la conductivitat.
- 8) Repetir tot el procés experimental amb la dissolució d'hidròxid de sodi.

➤ Determinació experimental de la conversió del reactor tubular a 25,35 i 45 °C

- 1) Preparar 8 L d'acetat d'etil 0,01 M i 8 L d'hidròxid de sodi 0,01 M.
- 2) Introduir els reactius preparats anteriorment en els dipòsits:
Dipòsit 1: Acetat d'Etil.
Dipòsit 2: Hidròxid de Sodi.
- 3) Iniciar el programa SACED-QRFT i la interfase. Prémer "START" i donar un nom a l'arxiu.
- 4) Posar la clau de pas de sota els rotàmetres en posició de recirculació (cap a la dreta), i engegar la bomba del dipòsit 1 (AB-1) i la del dipòsit 2 (AB-2). D'aquesta manera, es

podran regular els cabals de circulació mitjançant la rodeta.

- 5) Realitzar l'experiència amb un cabal igual per als dos reactius, serà del 60% en el rotàmetre 1, i del 40% en el rotàmetre 2. Amb aquests percentatges es tindrà un cabal de 2,7 l/h per a cada reactiu. Deixar els cabals en re-circulació uns 10 minuts aproximadament fins que s'estabilitzin.
- 6) Omplir el bany termostàtic amb aigua destil·lada i a la casella del PID 1, posar una temperatura de 25°C, i marcar la casella del PID 1, que posarà en funcionament l'actuador AR-1 i escalfarà l'aigua del bany termostàtic fins a 25°C.
- 7) Quan l'aigua del bany termostàtic està a la temperatura desitjada, procedir a omplir la camisa del reactor tubular posant en marxa la bomba AB-3. Cal obrir la clau de purga (clau de pas petita de color negre que està a la part superior del reactor) i la clau C1 i tancar la clau C2 fins que s'hagi omplert completament la camisa. Després obrir la clau C2 per tal que l'aigua de l'interior vagi re-circulant al bany termostàtic, i tancar la clau de purga.
- 8) Col·locar la clau de pas de productes cap al conductímetre (tub P1), per poder mesurar la conductivitat a la sortida.
- 9) Un cop els cabals s'han estabilitzat, posar la clau de pas de sota dels rotàmetres en direcció al reactor (cap a l'esquerra). Ara estan entrant els reactius al reactor.
- 10) Seleccionar a la pantalla del software "SAVE DATA" i marcar un interval de temps de 10 segons.
- 11) Un cop la cèl·lula de conductivitat marca un valor constant, el procés s'ha estabilitzat i ha acabat l'experiment.
- 12) Prémer el botó "STOP" a la pantalla del software i seguidament prémer "QUIT" per sortir del programa.
- 13) Finalment, desendollar el cable R1 de la part de darrere del mòdul de reactor per tal de buidar el tub del reactor.
- 14) Repetir l'experimentació a 35 °C i 45 °C.

RESULTATS**➤ Determinació de les conductivitats iòniques**

1. Prendre les dades experimentals de k_{NaOH} i k_{EtONa} i calcular la diferència de conductivitats iòniques ($\lambda_{OH^-} - \lambda_{EtO^-}$) per a cada temperatura:

Temperatura (°C)	k_{NaOH} (S/cm)	k_{EtONa} (S/cm)	$\lambda_{OH^-} - \lambda_{EtO^-} \left(\frac{\Omega^{-1}cm^{-2}}{eq \cdot g} \right)$
25			
35			
45			

2. Comentar les dades experimentals i calculades obtingudes.
 3. Representar gràficament l'evolució de la conductivitat amb la temperatura per a l'acetat de sodi i l'hidròxid de sodi.

➤ Determinació de la constant de velocitat k

1. Omplir una taula amb les condicions d'operació de l'experimentació com la següent:

T reactor (°C)	T reactor (K)	QNaOH	QAcOEt	Qt (l/h)	Qt(l/s)	τ (s)

2. Calcular la concentració i la conversió quan el procés s'ha estabilitzat a partir de les dades obtingudes (fer mitjana de C_A i de X_A quan el procés s'ha estabilitzat) i omplir una taula com la següent:

T reactor (K)	1/T	C_A (mol/l)	X_A	k (l/mol·s)	Lnk

3. Comentar les dades experimentals i calculades obtingudes.
4. Representar gràficament l'evolució de la k respecte a la temperatura.
5. Representar gràficament l'evolució de la conversió respecte a la temperatura.

➤ **Determinació de l'energia d'activació i de l'equació d'Arrhenius**

1. Representar gràficament $\ln k$ respecte a $1/T$.
2. Calcular l'energia d'activació (E_a) a partir del pendent obtingut en la recta de regressió de la gràfica ($\ln k$ vs $1/T$).
3. Expressar l'equació d'Arrhenius.

PRÀCTICA 4

DETERMINACIÓ EXPERIMENTAL DE LA DISTRIBUCIÓ DEL TEMPS DE RESIDÈNCIA: EXPERIMENT D'IMPULS.

INTRODUCCIÓ

El comportament real dels reactors no s'ajusta experimentalment a les situacions d'un reactor ideal, perquè sempre existeixen desviacions que poden provocar una disminució en l'eficàcia del procés (canalitzacions, zones mortes, etc). Existeixen diversos mètodes que tenen en compte aquestes no idealitats que es veuen reflectides en el flux. Un d'aquests mètodes és mitjançant la distribució del temps de residència del material que circula a través del recipient.

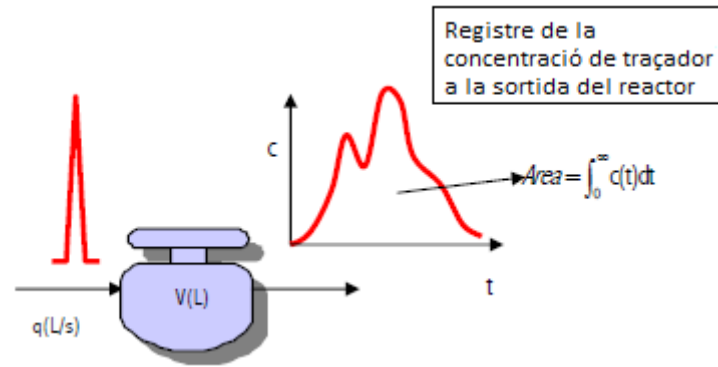
La distribució de temps de residència és el temps que triga un element de fluid (traçador) en recórrer el sistema des de l'entrada fins a la sortida del reactor.

La determinació experimental de les funcions de distribució del temps de residència es realitza experimentalment mitjançant tècniques que s'engloben al grup de les "*TÈCNIQUES ESTÍMUL-RESPOSTA*". S'estimula, és a dir, es pertorba el sistema a l'entrada i s'observa la resposta a la sortida, la qual és funció del mode de fluir a través del recipient.

L'estímul és la introducció (o injecció) d'un traçador al corrent d'entrada, mentre que la resposta és la representació de la concentració de traçador al corrent de sortida en front al temps. El traçador és una substància fàcilment identificable (per exemple un compost radioactiu, un colorant, una solució elèctricament conductora, etc) la qual no ha de pertorbar el flux (ha de tenir les mateixes propietats físiques que el fluid a tractar) i no ha de reaccionar ni absorbir-se en el recipient.

L'entrada en impuls consisteix en la introducció instantània de M kg o mols de traçador coneguts en el corrent de fluid que entra al reactor durant un temps determinat.

En la següent imatge podem observar la resposta a l'entrada i a la sortida del reactor en un experiment de tipus impuls:



A partir de les equacions de balanç de matèria podem trobar l'àrea i el temps mitjà de residència:

$$\text{Àrea} = \frac{M}{q}$$

$$\bar{t} \text{ (temps mitjà de residència)} = \frac{V}{q}$$

On:

- M = kg o mols afegits
- q = cabal
- V = volum

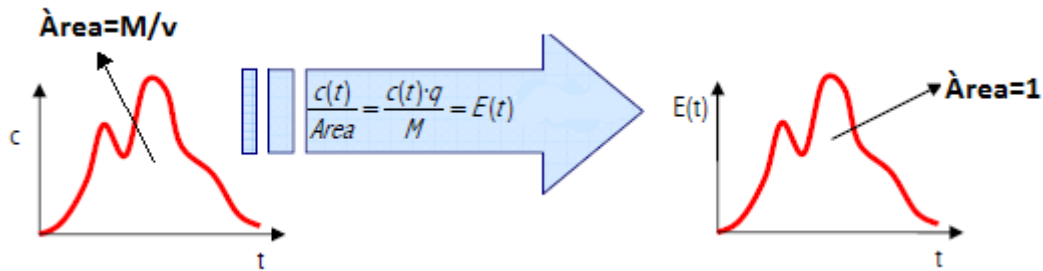
En primer lloc, abans de començar l'experiment, s'ha de realitzar una corba de calibratge per tal de convertir les lectures de conductivitat a concentració.

Després, realitzar l'injecció de l'impuls i es mesura la corba de resposta, *Concentració (C)* enfront el *temps (t)*. Llavors:

- S'observa si tot és consistent amb aquesta corba C enfront t , és a dir, que l'experiment s'ha realitzat adequadament i tot està bé.
- Es canvia l'escala de la corba C enfront t per obtenir la corba E_t o la seva versió adimensional E_θ .
- S'utilitza la corba E per inventar un model de flux o per trobar directament el comportament del reactor.

La funció $E(t)$ o de densitat de distribució de temps de residència (del corrent de sortida) és la freqüència de distribució d'edat dels elements de fluid que abandonen el recipient. Té unitats de fracció d'edat per unitat de temps.

Per trobar la corba E_t (la DTR) a partir de la corba experimental C enfront t es canvia simplement l'escala de concentració de mode que l'àrea sota la corba de resposta sigui la unitat. Per portar a terme aquest canvi es divideixen les lectures de concentració per M/v :

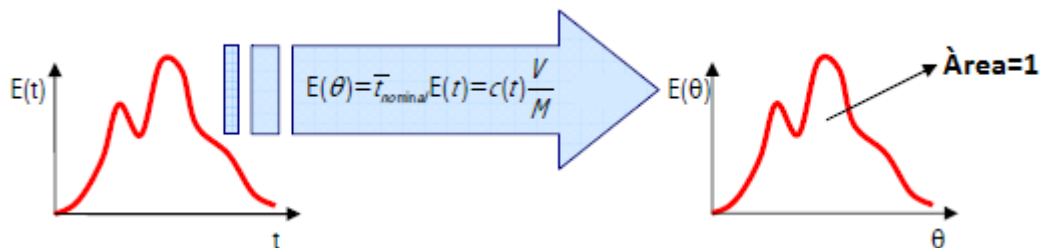


Mentre que per passar a la funció adimensional haurem d'utilitzar les següents equacions:

$$\theta = \frac{t}{\bar{t}} = \frac{t \cdot q}{V}$$

$$E_{\theta} = \bar{t} \cdot E_t = \frac{V}{q} \cdot E_t = \frac{V}{M} \cdot C(t)$$

Així doncs, obtenim la corba en funció d'una escala de temps adimensionals:



➤ Interpretació física de les funcions de distribució

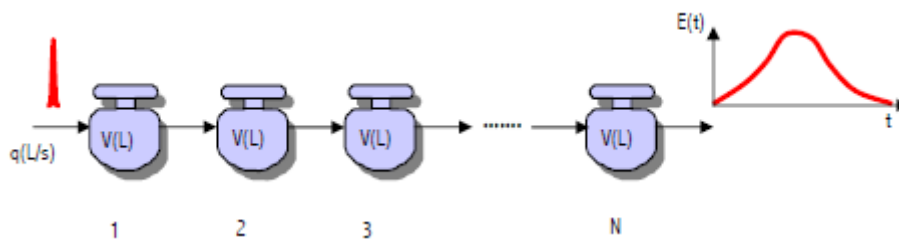
Per realitzar una interpretació física de les funcions de distribució i detectar quin flux defectuós presenta el comportament del reactor tubular cal visitar la pàgina 60 del següent document:

<http://diposit.ub.edu/dspace/bitstream/2445/12703/1/APUNTS%20DE%20REA%20CTORS%20QU%20C3%8DMICS.pdf>

➤ Model de tancs en sèrie

Aquest és un model d'un sol paràmetre vàlid per a petites desviacions del flux en pistó amb l'avantatge de ser matemàticament senzill per a qualsevol tipus de cinètica. El model consisteix en considerar una hipotètica sèrie de tancs agitats iguals i ideals col·locats en sèrie, de manera que el paràmetre és el número de tancs.

Suposem una entrada en impuls amb cabal (q) i volum (V) coneguts:



El temps de residència de cada tanc és:

$$\bar{t}_i = \frac{V_i}{q}$$

de manera que el temps de residència del conjunt de N tancs en sèrie és:

$$\bar{t} = \frac{V}{q} = N \cdot \frac{V_i}{q} = N \cdot \bar{t}_i$$

Les escales adimensionals són:

$$\theta_i = t / \bar{t}_i$$

$$\theta = \frac{t}{\bar{t}}$$

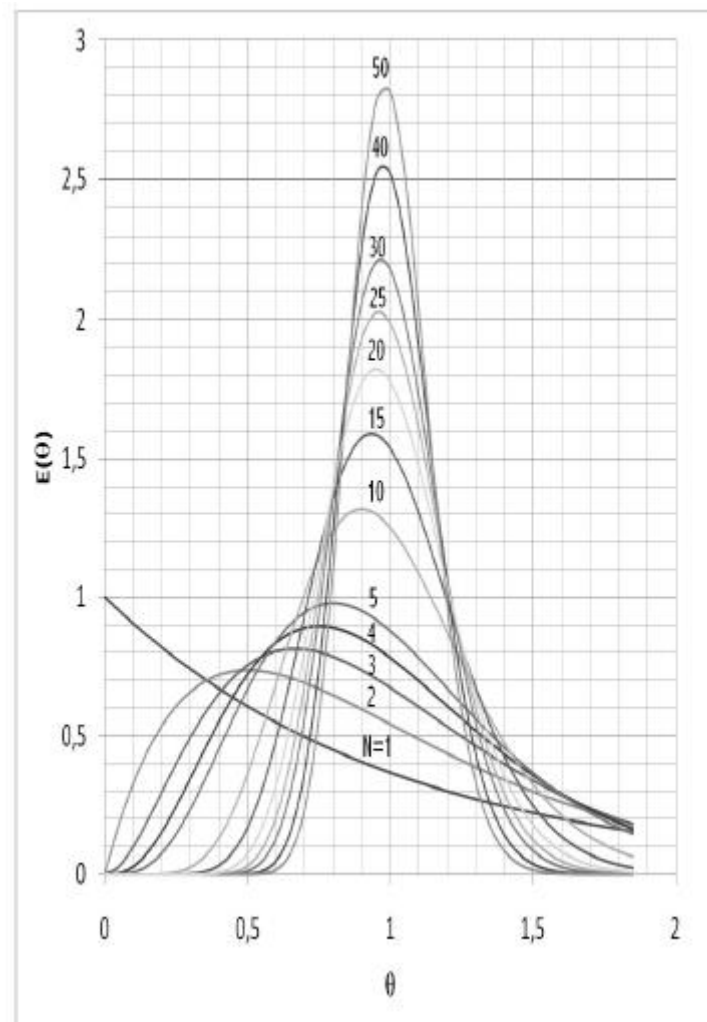
Per calcular la corba de distribució de temps de residència s'utilitzaran les següents equacions:

Per a N tancs:

$$E(t) = \frac{1}{\bar{t}} \left(\frac{t}{\bar{t}} \right)^{N-1} \frac{N^N}{(N-1)!} \exp\left(-\frac{N \cdot t}{\bar{t}}\right)$$

$$E(\Theta) = \bar{t} \cdot E(t) = \frac{N(N \cdot \Theta)^{N-1}}{(N-1)!} \exp(-N \cdot \Theta)$$

En la següent figura podem observar les corbes $E(\Theta)$ per a diferents valors de N . Es demostra que a mesura que N augmenta les corbes tendeixen a ser cada cop més simètriques i gaussianes (s'aprecia a partir de $N > 20$). Per a $N > 50$ les corbes son ja pràcticament simètriques i gaussianes.



Podem dibuixar la corba experimental $E(\Theta)$ en el gràfic per comparar amb les diferents corbes de $E(\Theta)$ per a diferents valors de N i observar quin d'ells reproduïx millor la situació experimental.

A partir de la corba $E(\Theta)$ experimental es pot estimar el paràmetre del model, en aquest cas N , a partir de la següent equació:

$$E(\Theta)_{max} = \frac{N}{\sqrt{2 \cdot \pi \cdot (N - 1)}}$$

El valor de N pot resultar qualsevol valor positiu, no necessàriament enter, ja que el model és empíric.

Quan $N=0$, el model indica l'existència d'un curtcircuit complet pel que no hi ha flux en el recipient. Si $0 \leq N \leq 1$, el model representa una situació en la que hi ha curtcircuit i mescla. Quan $N=1$ s'obté mescla perfecta i a mesura que a N augmenta es perd mescla. Per a $N \rightarrow \infty$ el model indica flux en pistó.

DURACIÓ APROXIMADA: 2 hores.

OBJECTIUS

- Estudiar el comportament del reactor tubular a través de la distribució dels temps de residència.
- Valorar quines alteracions presenta el reactor tubular a través de la resposta obtinguda en l'experimentació.
- Determinar a quin nombre de tancs agitats ideals i iguals en sèrie equival el comportament del reactor tubular

REACTIUS

Es necessiten els reactius següents:

- Clorur de potassi 0,01 M.
- Aigua destil·lada.

MATERIAL DE LABORATORI

- 1 vas de precipitats
- 1 matràs aforat

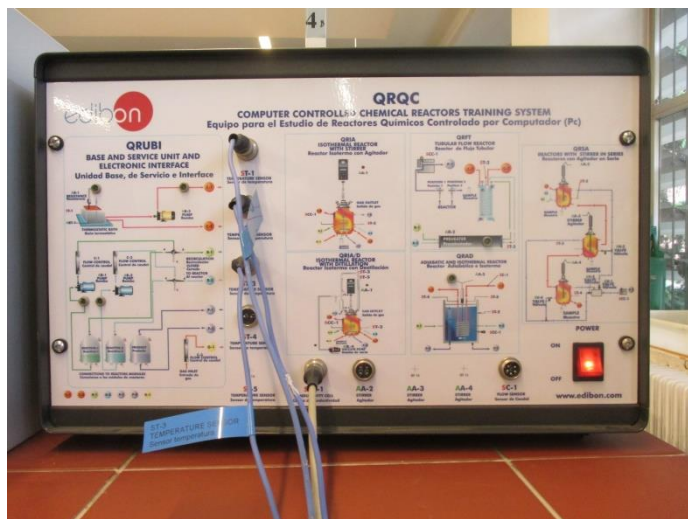
- Balança
- Espàtula

Per realitzar aquesta pràctica, es disposa de l'equip següent:

- Planta pilot del reactor:



- Interfase de l'equip:



PROCEDIMENT

➤ Recta de calibratge

Inicialment, es prepara la dissolució de KCL 0,01 M.

A continuació, caldrà realitzar una recta de calibratge amb diferents concentracions de KCl per tal de poder convertir les conductivitats mesurades en el conductímetre de l'equip a concentracions.

Caldrà preparar les dissolucions necessàries de KCl que es mostren a la taula següent:

Concentració (M)	0	0,0002	0,0004	0,0006
Conductivitat (μS/cm)				

Un cop s'han preparat les dissolucions, es mesura la conductivitat de cada una i s'anota en la taula anterior. A continuació s'ha d'elaborar la recta de calibratge en un full d'excel.

➤ Seguiment de l'experiment

- 1) Introduir la dissolució preparada de KCl al dipòsit 1 i omplir el dipòsit 2 amb 2 litres d'aigua destil·lada.
- 2) Engegar el programa SAGED, prémer "START" i donar un nom per gravar l'arxiu.
- 3) Accionar la bomba 2 (AB-2) per omplir el reactor d'aigua destil·lada i marcar un cabal del 45% (3,4 l/h).

- 4) Posar la vàlvula de tres vies de sota el rotàmetre 1 en posició de recirculació (cap a la dreta) i en el rotàmetre marcar un cabal del 80% (3,4 l/h). Esperar uns 5-10 minuts fins que s'estabilitzin els cabals.
- 5) Un cop el conductímetre marca un valor aproximadament constant i baix (aigua destil·lada), vol dir que ja s'ha omplert el reactor. A continuació, posar la vàlvula de tres vies del rotàmetre 1 en posició cap al reactor (cap a l'esquerra) i la vàlvula de tres vies del rotàmetre 2 en posició de recirculació (cap a la dreta). Al mateix temps prémer el botó de la pantalla "SAVE DATA", i marcar un interval de 5 segons.
- 6) Injectar KCl durant un temps d'un minut (60 segons). Un cop s'ha complert aquest temps, parar la bomba 1 (AB-1) i posar la vàlvula de tres vies del rotàmetre 2 en posició cap al reactor (cap a l'esquerra), assegurant que el cabal segueix al 45% de l'escala percentual (3,4 l/h).
- 7) L'experiment acabarà quan el conductímetre marqui un valor aproximadament constant i baix (aigua destil·lada).
- 8) Parar la bomba 2 (AB-2) i prémer el botó "STOP" a la pantalla.
- 9) Finalment, desendollar el cable R1 de la part de darrere del mòdul de reactor per tal de buidar el tub del reactor.

RESULTATS

➤ Recta de calibratge

1. Omplir la següent taula amb els resultats de les conductivitats de les concentracions mesurades.

Concentració (M)	0	0,0002	0,0004	0,0006
Conductivitat (μS/cm)				

2. Realitzar la recta de calibratge en un full d'excel.

➤ Interpretació física de les funcions de distribució

1. Realitzar la corba *Concentració vs temps*, a partir de la recta de calibratge.
2. Comparar la corba obtinguda experimentalment amb les corbes teòriques de flux no ideal i detectar quina alteració presenta el reactor tubular.

➤ Model de tancs en sèrie

1. Elaborar les corbes de les funcions de distribució $C(t)$, $E(t)$ i $E(\Theta)$.
2. Elaborar les corbes de la funció adimensional $E(\Theta)$ per a N tancs.
3. Comparar la corba $E(\Theta)$ obtinguda experimentalment amb les diferents corbes teòriques per a N tancs.
4. Calcular empíricament el paràmetre N.

ANNEX 2: FITXES DE SEGURETAT

Fichas Internacionales de Seguridad Química

ACETATO DE SODIO		ICSC: 0565
		Abril 2006
Sal sódica del ácido acético Acetato de sodio anhidro		
CAS:	127-09-3	$C_2H_3NaO_2$ / CH_3COONa
RTECS:	AJA4300010	Masa molecular: 82,0
CE / EINECS:	204-823-8	

TIPO DE PELIGRO / EXPOSICIÓN	PELIGROS AGUDOS / SÍNTOMAS	PREVENCIÓN	PRIMEROS AUXILIOS / LUCHA CONTRA INCENDIOS
INCENDIO	Combustible.	Evitar las llamas.	Pulverización con agua, espuma, polvo, dióxido de carbono.
EXPLOSIÓN			








EXPOSICIÓN			
Inhalación		Extracción localizada.	Aire limpio, reposo.
Piel	Enrojecimiento.	Guantes protectores.	Aclarar y lavar la piel con agua y jabón.
Ojos	Enrojecimiento.	Gafas ajustadas de seguridad.	Enjuagar con agua abundante durante varios minutos (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad), después proporcionar asistencia médica.
Ingestión		No comer, ni beber, ni fumar durante el trabajo.	Reposo.

DERRAMES Y FUGAS	ENVASADO Y ETIQUETADO
Protección personal adicional: respirador de filtro P1 para partículas inertes. Barrer la sustancia derramada e introducirla en un recipiente tapado; si fuera necesario, humedecer el polvo para evitar su dispersión. Eliminar el residuo con agua abundante.	Clasificación GHS Atención Provoca irritación ocular.
RESPUESTA DE EMERGENCIA	ALMACENAMIENTO
	Mantener en lugar seco. Separado de ácidos fuertes y oxidantes fuertes.

IPCS International Programme on Chemical Safety	   	 
Preparada en el Contexto de Cooperación entre el IPCS y la Comisión Europea © CE, IPCS, 2006		

VÉASE INFORMACIÓN IMPORTANTE AL DORSO

Fichas Internacionales de Seguridad Química





HIDRÓXIDO DE SODIO		ICSC: 0360 Mayo 2010	
CAS: NU: CE Índice Anexo I: CE / EINECS:	1310-73-2 1823 011-002-00-6 215-185-5	Sosa cáustica Hidróxido de sodio Sosa NaOH Masa molecular: 40.0	
TIPO DE PELIGRO / EXPOSICIÓN	PELIGROS AGUDOS / SÍNTOMAS	PREVENCIÓN	PRIMEROS AUXILIOS / LUCHA CONTRA INCENDIOS
INCENDIO	No combustible. El contacto con la humedad o con el agua, puede generar calor suficiente para provocar la ignición de materiales combustibles.	NO poner en contacto con el agua.	En caso de incendio en el entorno: usar un medio de extinción adecuado.
EXPLOSIÓN	Riesgo de incendio y explosión en contacto con: (ver Peligros Químicos).	NO poner en contacto con materiales incompatibles. (Ver Peligros Químicos).	
EXPOSICIÓN		¡EVITAR LA DISPERSIÓN DEL POLVO! ¡EVITAR TODO CONTACTO!	¡CONSULTAR AL MÉDICO EN TODOS LOS CASOS!
Inhalación	Tos. Dolor de garganta. Sensación de quemazón. Jadeo.	Extracción localizada o protección respiratoria.	Aire limpio, reposo. Proporcionar asistencia médica.
Piel	Enrojecimiento. Dolor. Graves quemaduras cutáneas. Ampollas.	Guantes de protección. Traje de protección.	Quitar las ropas contaminadas. Aclarar la piel con agua abundante o ducharse durante 15 minutos como mínimo. Proporcionar asistencia médica.
Ojos	Enrojecimiento. Dolor. Visión borrosa. Quemaduras graves.	Pantalla facial o protección ocular combinada con protección respiratoria.	Enjuagar con agua abundante durante varios minutos (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad), después proporcionar asistencia médica.
Ingestión	Dolor abdominal. Quemaduras en la boca y la garganta. Sensación de quemazón en la garganta y el pecho. Náuseas. Vómitos. Shock o colapso.	No comer, ni beber, ni fumar durante el trabajo.	Enjuagar la boca. NO provocar el vómito. Dar a beber un vaso pequeño de agua, pocos minutos después de la ingestión. Proporcionar asistencia médica inmediatamente.
DERRAMES Y FUGAS		ENVASADO Y ETIQUETADO	
Protección personal: traje de protección química, incluyendo equipo autónomo de respiración. NO permitir que este producto químico se incorpore al ambiente. Barrer la sustancia derramada e introducirla en un recipiente de plástico. Recoger cuidadosamente el residuo y trasladarlo a continuación a un lugar seguro.		No transportar con alimentos y piensos. Clasificación UE Símbolo: C R: 35 S: (1/2)-26-37/39-45 Clasificación NU Clasificación de Peligros NU: 8 Grupo de Envasado NU: II Clasificación GHS Peligro Nocivo en caso de ingestión. Provoca graves quemaduras en la piel y lesiones oculares. Puede provocar irritación respiratoria.	
RESPUESTA DE EMERGENCIA		ALMACENAMIENTO	
Código NFPA: H3; F0; R1		Separado de alimentos y piensos, ácidos fuertes y metales. Almacenar en el recipiente original. Mantener en lugar seco. Bien cerrado. Almacenar en un área sin acceso a desagües o alcantarillas.	
Preparada en el Contexto de Cooperación entre el IPCS y la Comisión Europea © CE, IPCS, 2010			
<div><div>IPCS International Programme on Chemical Safety</div><div></div><div></div></div>			

VÉASE INFORMACIÓN IMPORTANTE AL DORSO

Fichas Internacionales de Seguridad Química

ACETATO DE ETILO

ICSC: 0367

 <p>ACETATO DE ETILO Acido acético, éster etílico $C_4H_8O_2/CH_3COOC_2H_5$ Masa molecular: 88.1</p> <p>Nº CAS 141-78-8 Nº RTECS AH5425000 Nº ICSC 0367 Nº NU 1173 Nº CE 607-022-00-5</p> 			
TIPOS DE PELIGRO/ EXPOSICION	PELIGROS/ SINTOMAS AGUDOS	PREVENCION	PRIMEROS AUXILIOS/ LUCHA CONTRA INCENDIOS
INCENDIO	Altamente inflamable.	Evitar llama abierta, NO producir chispas y NO fumar.	FFFF, espuma resistente al alcohol, polvos, dióxido de carbono.
EXPLOSION	Las mezclas vapor/aire son explosivas.	Sistema cerrado, ventilación, equipo eléctrico y de alumbrado a prueba de explosiones. Evitar la generación de cargas electrostáticas (por ejemplo, mediante conexión a tierra). Utilícense herramientas manuales no generadoras de chispas.	En caso de incendio: mantener fríos los bidones y demás instalaciones por pulverización con agua. Los bomberos deberían emplear indumentaria de protección completa, incluyendo equipo autónomo de respiración.
EXPOSICION			
• INHALACION	Tos, vértigo, somnolencia, dolor de cabeza, náusea, jadeo, dolor de garganta, pérdida de conocimiento, debilidad.	Ventilación, extracción localizada o protección respiratoria.	Aire limpio, reposo, posición de semiincorporado y someter a atención médica. Respiración artificial si estuviera indicado.
• PIEL	Enrojecimiento, dolor.	Guantes protectores, traje de protección.	Quitar las ropas contaminadas, aclarar la piel con agua abundante o ducharse y solicitar atención médica.
• OJOS	Enrojecimiento, dolor.	Gafas ajustadas de seguridad.	Enjuagar con agua abundante durante varios minutos (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad), después consultar a un médico.
• INGESTION	Dolor abdominal, vértigo, náusea, dolor de garganta, debilidad.		Enjuagar la boca, dar a beber abundante agua y someter a atención médica.
DERRAMAS Y FUGAS		ALMACENAMIENTO	ENVASADO Y ETIQUETADO
Evacuar la zona de peligro. Recoger en la medida de lo posible el líquido que se derrama y el ya derramado en recipientes herméticos. Absorber el líquido residual en arena o absorbente inerte y trasladarlo a lugar seguro. (Protección personal adicional: traje de protección completa incluyendo equipo autónomo de respiración).		A prueba de incendio. Separado de oxidantes fuertes, ácidos y bases. Mantener en lugar frío, seco. Almacenar herméticamente cerrado.	símbolo F símbolo Xi R: 11-36-66-67 S: (2-)18-26-33 Clasificación de Peligros NU: 3 Grupo de Envasado NU: II CE:  
VEASE AL DORSO INFORMACION IMPORTANTE			

Fichas Internacionales de Seguridad Química

CLORURO DE POTASIO

ICSC: 1450

 <p>MINISTERIO DE TRABAJO Y ASUNTOS SOCIALES ESPAÑA</p> <p>KCI</p> <p>Masa molecular: 74.6</p> <p>Nº ICSC 1450 Nº CAS 7447-40-7 Nº RTECS TS8050000</p> <p>INSTITUTO NACIONAL DE SEGURIDAD E HIGIENE EN EL TRABAJO</p>			
TIPOS DE PELIGRO/ EXPOSICION	PELIGROS/ SINTOMAS AGUDOS	PREVENCION	PRIMEROS AUXILIOS/ LUCHA CONTRA INCENDIOS
INCENDIO	No combustible.		En caso de incendio en el entorno: están permitidos todos los agentes extintores.
EXPLOSION			
EXPOSICION			
• INHALACION	Tos. Dolor de garganta.	Extracción localizada.	Aire limpio, reposo.
• PIEL		Guantes protectores.	Aclarar la piel con agua abundante o ducharse.
• OJOS	Enrojecimiento. Dolor.	Gafas ajustadas de seguridad.	Enjuagar con agua abundante durante varios minutos (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad), después proporcionar asistencia médica.
• INGESTION	Diarrea. Náuseas. Vómitos. Debilidad. Convulsiones.	No comer, ni beber, ni fumar durante el trabajo.	Enjuagar la boca. Provocar el vómito (¡ÚNICAMENTE EN PERSONAS CONSCIENTES!). Dar a beber agua abundante. Proporcionar asistencia médica.
DERRAMES Y FUGAS	ALMACENAMIENTO	ENVASADO Y ETIQUETADO	
Barrer la sustancia derramada e introducirla en un recipiente. Recoger cuidadosamente el residuo, trasladarlo a continuación a un lugar seguro. (Protección personal adicional: respirador de filtro P1 contra partículas inertes).	Mantener en lugar seco.	NU (transporte): No clasificado CE: No clasificado	
VEASE AL DORSO INFORMACION IMPORTANTE			
ICSC: 1450 Preparada en el Contexto de Cooperación entre el IPCS y la Comisión Europea © CE, IPCS, 2003			

